

**МИНИСТЕРСТВО  
ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральное агентство  
по образованию**

**ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ**

**НОВОСИБИРСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

**физический факультет**

**Квалификационная работа на соискание  
степени магистра**

**Кафедра физики плазмы**

**Куклин Константин Николаевич**

**Исследование динамики радиационного блистеринга и  
приповерхностного водорода при облучении  
меди и вольфрама протонами**

**Научный руководитель:  
к.ф.-м.н. Иванов Иван Анатольевич**

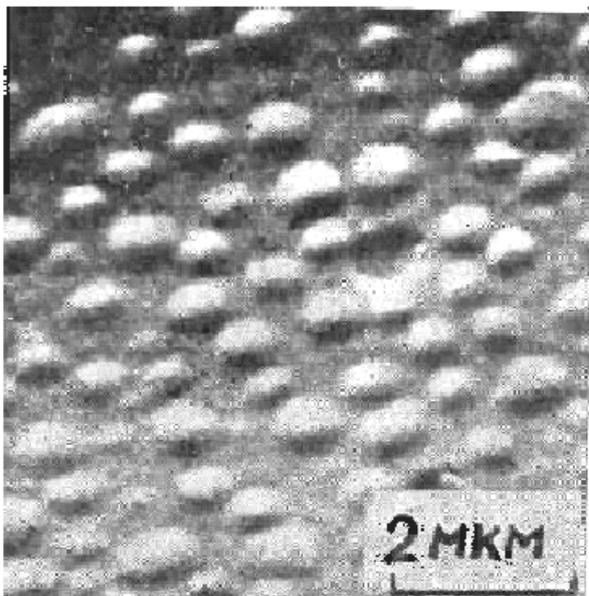
**Новосибирск – 2007 год**

## Оглавление

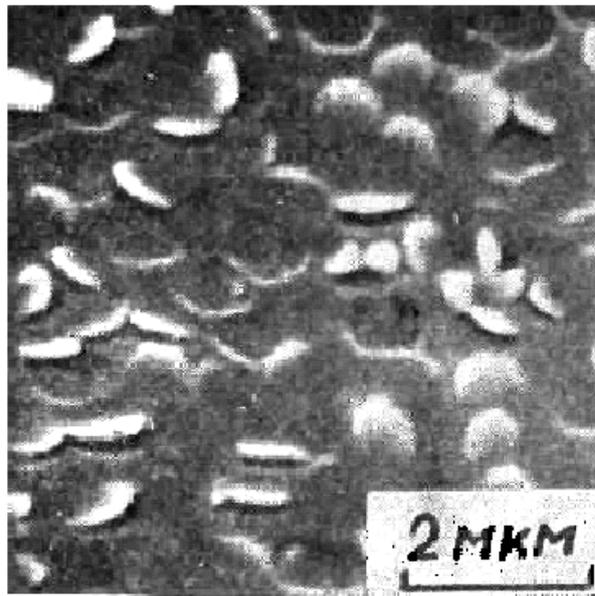
<b>Введение .....</b>	<b>3</b>
<b>Описание стенда и диагностики.....</b>	<b>6</b>
<b>Изучение блистеринга на меди и вольфраме, «порог» блистеринга ....</b>	<b>11</b>
<b>Распределение Н по глубине .....</b>	<b>18</b>
<b>Измерение размеров и плотности блистеров.....</b>	<b>21</b>
<b>Выводы.....</b>	<b>23</b>
<b>Литература. ....</b>	<b>24</b>

## Введение

В 1963 г. в работах Праймака [1] и Каминского [2] было обнаружено образование пузырей на поверхности изоляторов, облученных ионами  $H^+$ ,  $D^+$ ,  $He^+$ . В 1966 г. Праймак и Лутр [3] наблюдали пузыри также на поверхности металлов ( $Cu$ ,  $Ni$ ,  $Al$ ), облученных ионами  $H^+$ ,  $He^+$ . Это явление получило название блистеринг, от



*Рис. 1. Блистеры на поверхности монокристаллического ванадия, облученного ионами гелия с энергией 10 кэВ до дозы  $6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ .*



*Рис. 2. Блистеры с вскрытыми крышками на поверхности монокристаллического ванадия, последовательно облученного ионами  $H^+$ ,  $He^+$  с энергией 10 кэВ до дозы  $6 \cdot 10^{18}$  и  $3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  соответственно.*

английского слова blister – волдырь (рис. 1). При увеличении дозы облучения пузыри-блистеры вскрываются, а их крышки слетают или удаляются (в зависимости от мощности пучка) (рис. 2). Таким образом, блистеринг приводит к эрозии поверхности. В некоторых случаях вместо (или наряду) образования пузырей происходит отшелушивание поверхностного слоя. При отшелушивании удаляемые куски поверхностного слоя не имеют определенной формы и размера, в отличие от блистеров, но, как правило, их размеры больше размеров блистеров. Эрозия при отшелушивании также больше чем при блистеринге. Следует отметить, что наряду с радиационным блистерингом, который происходит при облучении ускоренными ионами, наблюдается также образование пузырей на поверхности и в результате обработки материала в среде, содержащей газы [4, 5]. Пузыри нерадиационного происхождения обычно

значительно больше, их появление определяется способом обработки и материалом.

С 1972-1973 гг. началось интенсивное исследование блистеринга в связи с проблемой создания термоядерного реактора, поскольку первая стенка и элементы дивертора термоядерного реактора будут подвержены интенсивному облучению ионами или быстрыми перезарядными нейтралами дейтерия или трития, а также гелия, образующегося в результате D-T – реакции. До недавнего времени блистеринг рассматривался как один из опаснейших механизмов разрушения первой стенки термоядерного реактора, поскольку коэффициент эрозии материала при гелиевом блистеринге и в особенности при отшелушивании может превышать на 1 - 2 порядка коэффициент физического распыления того же материала ионами гелия и на 2 - 3 порядка коэффициент физического распыления ионами водорода.

Исследование закономерностей блистеринга представляет большой интерес, как для материаловедческой проблемы термоядерного реактора, так и для других задач, в которых материалы облучаются ионами плохо растворимых газов. К настоящему времени изучены закономерности блистеринга и отшелушивания при моноэнергетическом облучении ионами гелия. Найдены условия, при которых радиационная эрозия за счет гелиевого блистеринга и отшелушивания не будет давать существенного вклада в эрозию элементов конструкции термоядерного реактора. Явление радиационного блистеринга интересно и само по себе с физической точки зрения, поскольку представления, развитые при исследовании этого эффекта, существенно расширили наше понимание о процессах взаимодействия атомных частиц с твердым телом.

Для появления блистеров или начала отшелушивания необходим некоторый минимальный флюенс ионами плохо растворимого газа. Этот минимальный флюенс называется критическим флюенсом для образования блистеров  $\Phi_{кр}$  [6, 7]. Он растет с ростом энергии ионов, а также с увеличением растворимости газа. Например, для водорода  $\Phi_{кр}$  больше, чем для гелия. Критический флюенс  $\Phi_{кр}$  зависит, кроме того, от материала, температуры мишени и от кристаллографической ориентации поверхности. Однако эти зависимости слабее зависимостей от вида и энергии ионов. На  $\Phi_{кр}$  влияет также вид энергетического спектра [8-10] при облучении ионами с широким спектром.

Очевидно, что если за время облучения флюенсом  $\Phi_{кр}$  распылился слой, больший, чем глубина проникновения ионов  $R_p$  (точнее, толщина крышки блистера), то концентрация атомов газа в поверхностном слое мишени будет всегда меньше критической, и блистеры не образуются. Отсюда следует естественное условие образования блистеров

$$S\Phi_{кр} < R_p N \quad (1)$$

где  $S$  – коэффициент распыления,  $N$  – число атомов мишени в единице объема. Для легких ионов  $H^+$ ,  $He^+$  (1) выполнено при всех энергиях, а для тяжелых ионов – аргона, криптона, ксенона, для которых коэффициент распыления велик, условие (1) выполняется лишь при достаточно больших энергиях (100 – 1000 кэВ), когда  $R_p$  становится велико, а  $S$  – мало. Интересно, что для ионов  $Ne$  с энергией 20 кэВ, бомбардирующих монокристалл меди [11], условие (1) выполняется только, когда ионы входят в кристалл в условиях каналирования: при этом их глубина проникновения  $R_p$  максимальна, а коэффициент распыления  $S$  минимален.

## Описание стенда и диагностики

Для исследования поведения материалов при облучении высокоэнергичными протонами в ИЯФ СО РАН был создан специальный имплантационный стенд. Имплантационный стенд имеет следующие параметры: энергия протонов  $34 \div 200$  кэВ, плотность тока  $0,1 \div 1,4$  мА/см<sup>2</sup>, полный ток до 2 мА. В процессе облучения температура мишени может варьироваться в пределах  $300 \div 370$  К.

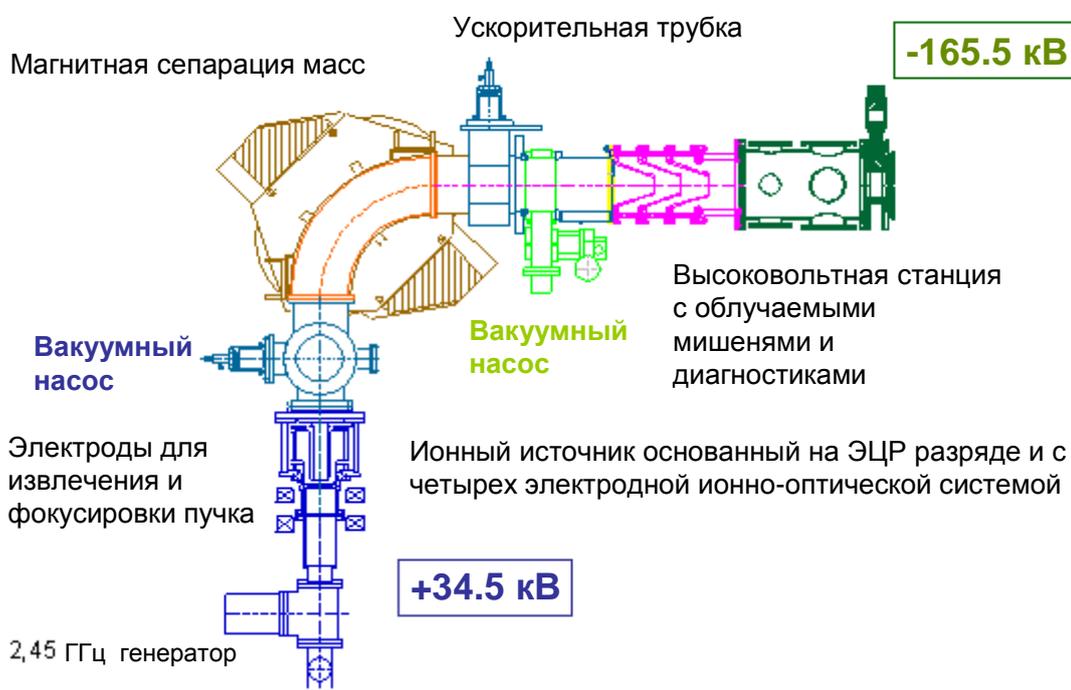


Рис. 3 Схема имплантационного стенда

Схема имплантационного стенда изображена на рис. 3. Он состоит из ЭЦР источника ионов с системой вытягивающих электродов,  $90^\circ$  разделителя масс, секционной ускорительной трубки, высоковольтной станцией с облучаемыми мишенями и диагностиками, вакуумной системы, энергетической и контролирующей систем, и системы регулирования температуры мишени.

ЭЦР источник ионов сделан на основе 2,4 ГГц генератора. Плазма создается в маленьком пробкотроне сформированном двумя катушками. Камера разрядника сделана из нержавеющей стали, и имеет керамическое окно для ввода СВЧ. Четыре электрода вытягивающей системы обеспечивают почти параллельный протонный пучок на выходе. Пучок имеет энергию около 40 кэВ, ток до 10 мА, и диаметр около 15 мм.

Извлеченный протонный пучок разделяется от всех других компонент в  $90^\circ$  разделителе масс – показатель спада магнитного поля 0,5, предупреждая расхождение

пучка. После прохождения магнита, пучок попадает в промежуточную камеру с добавленным вакуумным трубопроводом и передвижным детектором пучка.

Затем пучок в секционной ускорительной трубке ускоряется до энергии требуемой для испытания материала и вводится в испытательный объем, где он падает на мишень. К ускоряющей трубе приложено постоянное напряжение 70 – 170 кВ.

Для работ в высоковольтной части установки была сделана специальная высоковольтная станция. Набор градиентных колец формирует эквипотенциальную зону, равную ускоряющему напряжению, где установлены: испытательный объем, мишень и диагностическое оборудование. Вакуумная система испытательного объема присоединялась к ускорительной трубке, а на противоположном конце испытательного объема устанавливалась мишень. Рядом с мишенью, для подавления вторичной электронной эмиссии, были установлены постоянные магниты. В испытательном объеме было 8 окон для диагностик пучка и поверхности мишени.

Для поддержания постоянной температуры мишени была сделана специальная система регулирования температуры мишени. При проведении эксперимента у мишени поддерживалось две температуры: ~300 (комнатная) и 370 К. В экспериментах при комнатной температуре регистрировалась энергия поглощенная мишенью, при нагреве мишени до 370 К система поддерживала температуру постоянной (мишень нагревалась кремний органической жидкостью и пучком).

Для наблюдения за поверхностью мишени непосредственно во время эксперимента была создана оптическая диагностика. Диагностика основывается на эффекте возрастания интенсивности диффузно рассеянного света от изучаемой поверхности и уменьшении зеркально отраженного света из-за увеличения шероховатости поверхности [12] связанной с появлением блистеров (см. рис. 4):

$$I_1 \propto (1 - A_\lambda) \cdot \left( 1 - \exp \left[ -\frac{(4\pi\delta)^2}{\lambda^2} \right] \right) \quad (2)$$

$$I_2 = (1 - A_\lambda) \cdot \exp \left[ -\frac{(4\pi\delta)^2}{\lambda^2} \right] \quad (3)$$

где,  $I_1$  – интенсивность диффузно рассеянного сигнала,  $A_\lambda$  – коэффициент поглощения,  $\delta$  – средняя шероховатость поверхности,  $\lambda$  – длина волны падающего света,  $I_2$  – интенсивность зеркально отраженного света. На практике оказалось, что коэффициент зеркального отражения и интенсивность рассеянного света, кроме величины шероховатости поверхности, также изменяются из-за изменения коэффициента черноты тела при наводораживании поверхности. Особенно ярко этот процесс был замечен на вольфрамовой мишени, которая в результате облучения протонным пучком

одновременно с покрыванием блистерами чернилась. В результате интенсивность диффузного отраженного света в начале с появлением блистеров увеличивалась, а затем с увеличением коэффициента черноты снижалась.

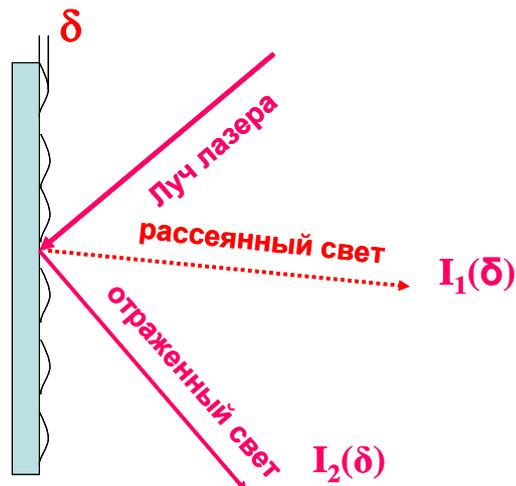


Рис. 4. Изменение интенсивности рассеянного света и зеркально отраженного света от  $\delta$  (средней шероховатости поверхности).

Схема оптической диагностики вместе с испытательным объемом и мишенью показана на рис. 5. Изучаемая поверхность подсвечивалась двумя независимыми источниками света He-Ne лазером ( $\lambda=632, \text{нм}$ ) и светодиодом. Они различаются когерентностью света и спектром. Луч лазер, практически всегда, направлялся в центр области поверхности облучаемой протонным пучком. Диаметр лазерного луча на изучаемой поверхности составил 3 мм. Для контроля интенсивности лазерного излучения перед лазером поставлена стеклянная светоделительная пластинка, направляющая часть света на фотодиод 1. Лазерный свет, пройдя через вакуумное окно диагностической камеры, поворачивается с помощью зеркала 1 и направляется на облучаемую поверхность мишени. Зеркало 2 отражает зеркально отраженный и диффузно рассеянный свет лазера в угол  $\pm 7^\circ$  относительно зеркально отраженного света. Свет от светодиода поворачивается с помощью зеркала 3 и направляется на облучаемую протонным пучком поверхность мишени. Свет от светодиода, регистрируемый цифровой видеокамерой, является рассеянным на большой угол ( $\sim 90^\circ$ ). Однако в этом случае интенсивность света, измеряемая из области, облучаемой протонным пучком, также дает возможность определить начало возникновения блистеринга.

Для создания 200 кэВ протонного пучка тестовая камера находится под потенциалом  $-170 \text{ кВ}$ , поэтому приемники излучения необходимо было установить на земляном потенциале, на большом расстоянии от диагностической камеры ( $\sim 1,5 \text{ м}$ ).

Для увеличения собираемого приемниками излучения света внутри тестовой камеры была установлена линза Ø200 мм и фокусным расстоянием таким, чтобы мишень находилась в фокальной плоскости. В результате любые приемники излучения, принимающие свет через эту линзу эффективно как бы передвигаются в точку расположения линзы.

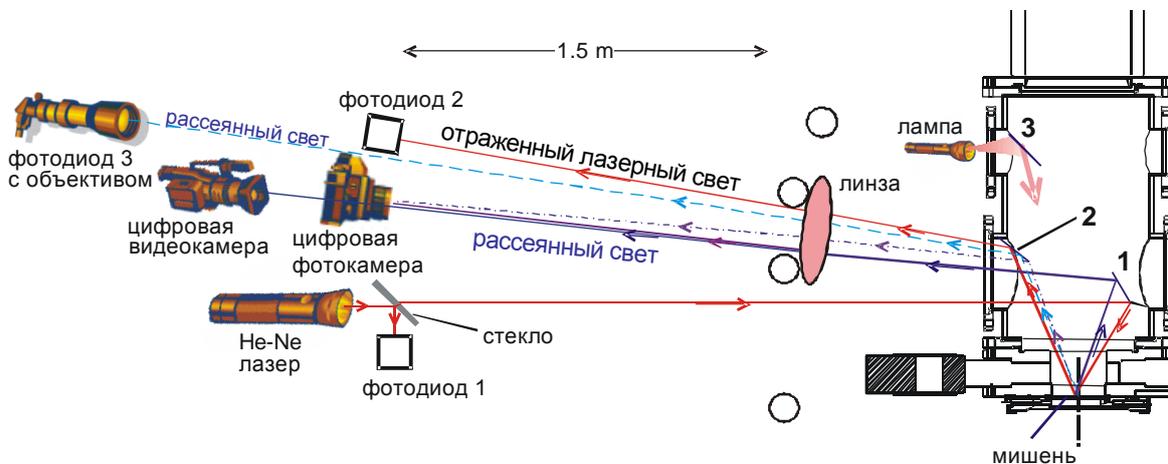
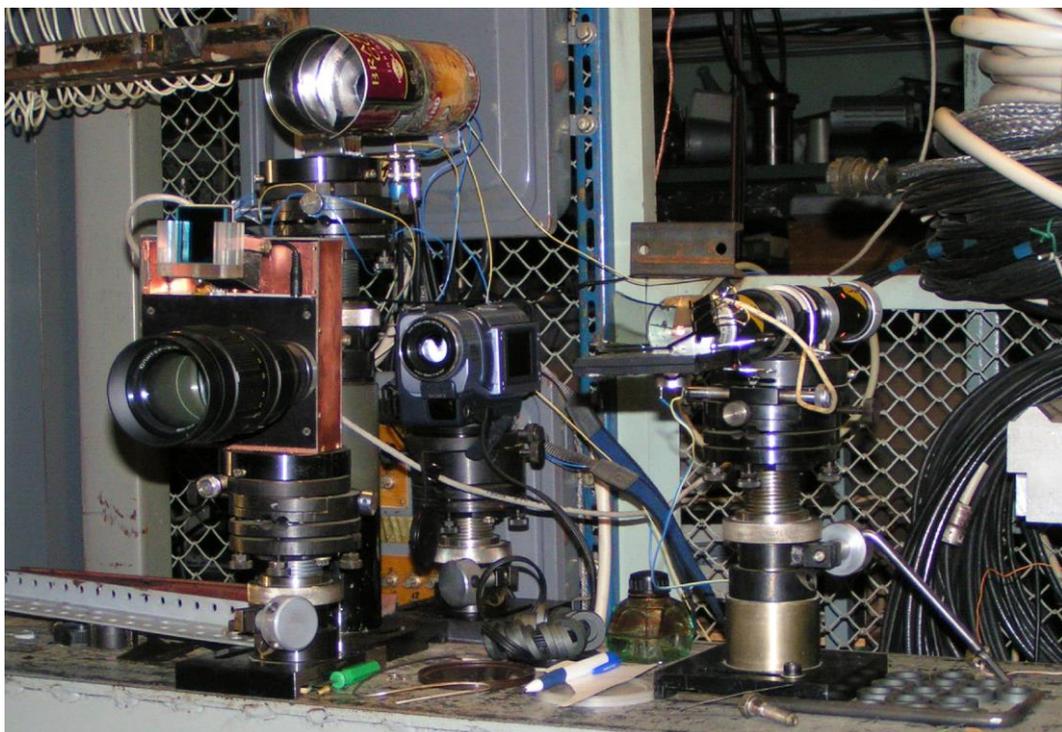


Рис. 5. Оптическая схема диагностики вместе с испытательным объемом и мишенью. 1, 2, 3 – поворотные зеркала.

Регистрация интенсивности зеркально отраженного от поверхности мишени лазерного излучения производится фотодиодом 2. Лазерный свет диффузно рассеянный на малый угол ( $\pm 7^\circ$ ) регистрируется с помощью фотодиода 3 с объективом.

Как видно из рис. 5, через зеркало 1 можно также наблюдать за поверхностью мишени. Это зеркало отражает диффузно рассеянное лазерное излучение на большой угол ( $\sim 90^\circ$ ) относительно зеркально отраженного лазерного луча. Для регистрации этого света были установлены рядом друг с другом цифровая фотокамера и цифровая видеокамера. В результате использования на данных приборах объективов с фокусным расстоянием 180 мм и 60 мм соответственно, совместно с линзой, расположенной внутри тестовой камеры, был достигнут высокий коэффициент увеличения изображения. Вид диагностики в сборе показан на рис. 6.



*Рис. 6. Вид оптической диагностики в сборе.*

## Изучение блистеринга на меди и вольфраме, «порог» блистеринга

Был проведен ряд экспериментов с медными мишенями. Были получены зависимости интенсивности рассеянного и зеркально отраженного света от флюенса в зависимости от параметров протонного пучка и температуры мишени.

Для создания зеркальной поверхности мишени (это важно при наблюдении блистеринга с помощью оптической диагностики) мишень была обработана с помощью алмазного точения.

Поведение интенсивности диффузно отраженного света в условиях эксперимента приведено на рис. 7 (нижний график). На верхнем графике на рис. 7 показана зависимость энергии протонного пучка и его тока в течение выстрела 05.11.11. Звездочками на нижнем графике показаны точки окончания экспериментов. С помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) были сделаны фотографии поверхности мишени (рис. 8а соответствует эксперименту от 05.11.14, флюенс  $0,25 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , рис. 8б – 05.11.11, флюенс  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  в обоих экспериментах плотность тока пучка и полный ток составили -  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$  и  $J=1,5 \text{ мА}$  соответственно). Как видно на рис.7, эксперимент 05.11.14 был закончен в момент начала роста интенсивности диффузно отраженного света. Это означает, что в этот момент на поверхности должны начать появляться блистеры. Этот факт начала появления блистеров подтверждается исследованием поверхности мишени с помощью микроскопов (см. рис. 8а). На рис. 8а. видно, что на поверхности возникли небольшие газовые пузырьки. Кроме того, их плотность на поверхности невысока. В отличие от этого эксперимента, при облучении мишени до большего флюенса (см. рис. 8б) плотность блистеров на поверхности мишени, а также их размер существенно увеличились.

Следствие данных экспериментов - это отсутствие резкого порога образования блистеров. Это означает, что блистеры зарождаются не мгновенно после прохождения определенной величины флюенса, а появляются постепенно. Более того, их плотность на поверхности, равно как и их линейный размер, растут в течение облучения. Поэтому измерение порога образования блистеров может быть проведено с точностью до “определения” точки “появления” блистеров на поверхности мишени, а также на кривой зависимости интенсивности диффузно отраженного света. В нашем случае эту точку мы “определили” как середину между максимумом и минимумом интенсивности диффузно отраженного света.

Вычислим, чему соответствует наше определение «границы блистеринга».

Обработав изображения облученной поверхности получили средний размер блистера  $\Delta \sim 1,1 \cdot 10^{-4}$  см (см. глава Измерение размеров и плотности блистеров), высота блистера  $\approx (0,2 \div 0,3) \cdot \Delta$  (из геометрии, см. фотографии поверхностей). Используя формулу (2) и тот факт, что максимальная интенсивность диффузно рассеянного света соответствует заполнению блистерами всей облучаемой поверхности, из соотношения:

$$\frac{I}{I_{\max}} = \frac{1}{2} \quad (4),$$

подставив  $\delta_{\max}$  получаем соотношение –

$$\left( \frac{4\pi\delta}{\lambda} \right)^2 = \ln 2 \quad (5),$$

где  $\lambda = 632,8$  нм – это длина волны He-Ne лазера. Из соотношения (5) получаем  $\delta = 41,9$  нм – средняя шероховатость поверхности при интенсивности равной половине максимальной. Средняя шероховатость поверхности – это средняя высота микронеровностей поверхности. Вычислим плотность блистеров при максимальной интенсивности диффузно рассеянного света, при этом аппроксимируя блистеры квадратами (считая, что блистеру с размером  $\Delta = 1,1 \cdot 10^{-4}$  см соответствует квадрат со сторонами равными  $\Delta$ ):

$$n = \frac{1}{\Delta^2} = \frac{1}{(1,1 \cdot 10^{-4} \text{ см})^2} = 8,3 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2} \quad (6).$$

Далее считая, что шероховатости поверхности с размерами  $\delta$  соответствует  $N$  штук блистеров с размером  $\Delta$  –

$$\delta = \frac{N\Delta}{n} \quad (7),$$

из соотношения (7) получаем  $N = 3,2 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$  – это плотность блистеров с размером  $\Delta = 1,1 \cdot 10^{-4}$  см на облученной поверхности мишени соответствующее половине максимальной интенсивности диффузно рассеянного света. То есть получается, что наше определение «границы блистеринга» соответствует покрытию блистерами с размером  $1,1 \text{ мкм} \sim 4\%$  облучаемой поверхности мишени.

Второй важной полученной особенностью является то, что порог образования блистеринга,  $\Phi_{\text{кр}} = 0,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , оказался (даже с учетом некоторой неопределенности возникновения блистеров) существенно ниже, чем приведено в известной литературе [13],  $\Phi_{\text{кр}} = 1,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ .

При увеличении флюенса в  $\sim 2$  раза (относительно  $\Phi_{\text{кр}} = 1,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ) на облучаемой поверхности наблюдался флехинг на краях области облучаемой пучком. Изображения медной мишени до и после облучения 100 кэВ протонным пучком при

температуре мишени 296 К приведены на рис. 9. Эти изображения получены с помощью SEM. Флекинг наблюдался в нескольких других экспериментах с медными мишенями при флюенсе свыше  $2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ .

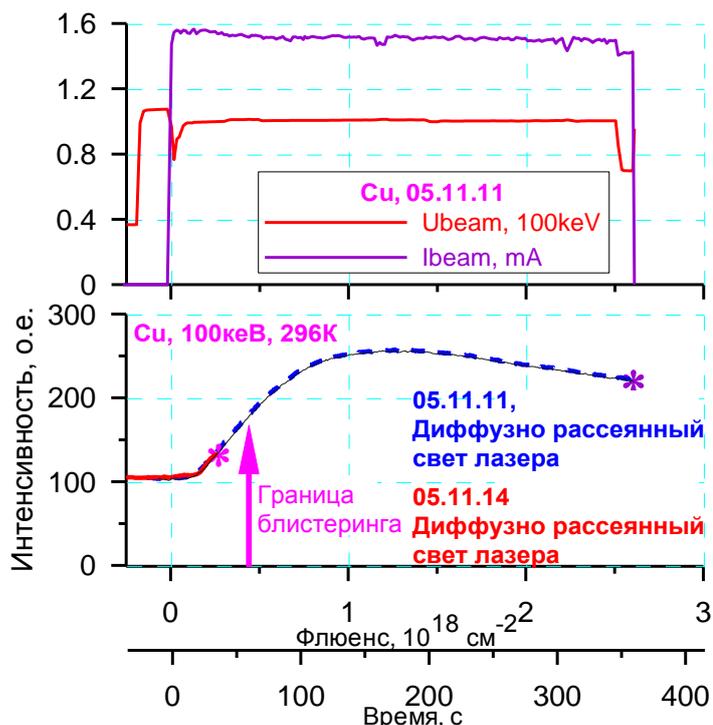


Рис. 7. Эксперимент по облучению Cu мишени 100 кэВ протонным пучком при температуре мишени 296 К до двух различных флюенсов ( $0,25 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ). На верхнем графике показаны параметры пучка (напряжение и ток) во время эксперимента. На нижнем графике показана зависимость интенсивности диффузно рассеянного света от флюенса.  $J=1,5 \text{ мА}$ ,  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$ .

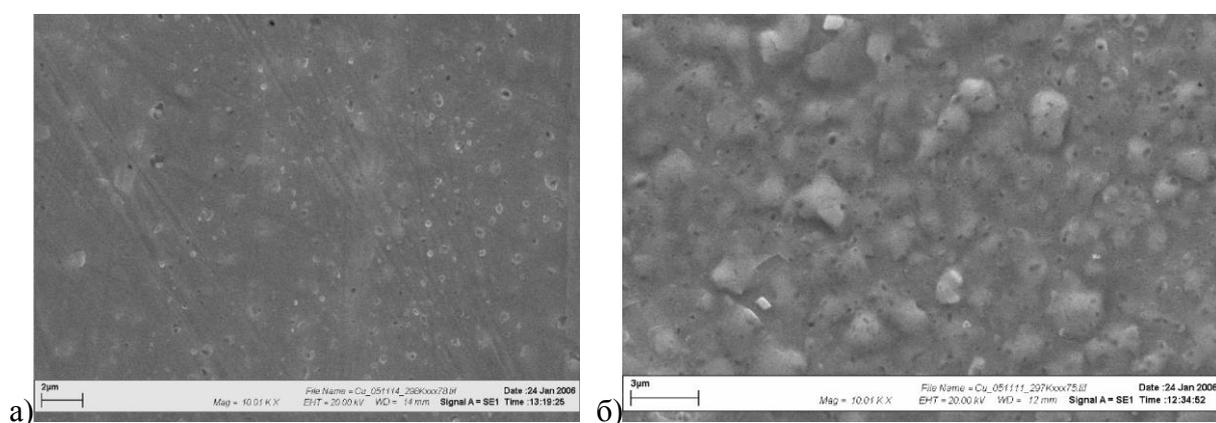


Рис. 8. Фотографии поверхности мишени сделанные с помощью сканирующего электронного микроскопа. а – соответствует флюенсу  $0,25 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и первой точке на графике, изображенном на рис. 7; б – соответствует флюенсу  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  и второй точке на графике, изображенном на рис. 7.

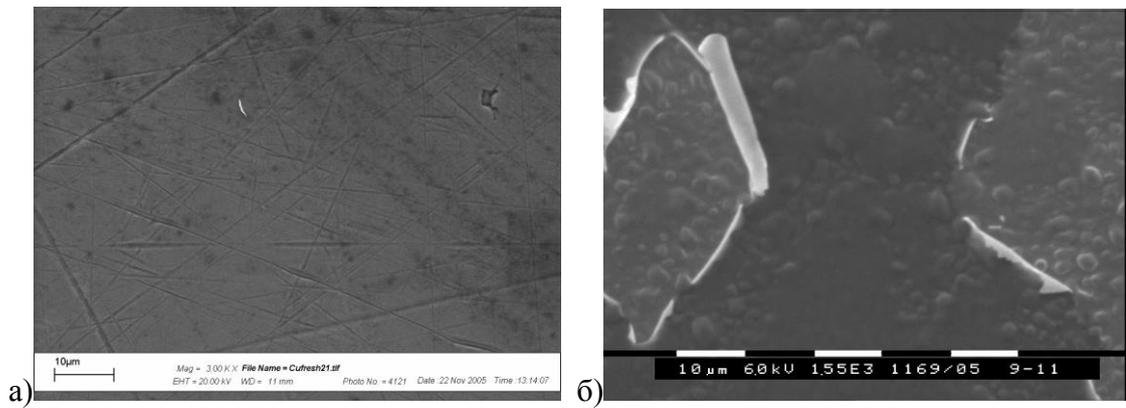


Рис. 9. поверхность мишени до облучения (а), и после облучения (б) до флюенса  $2,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , протонным пучком с энергией 100 кэВ. На б) виден флекинг.

Для выяснения влияния температуры на процесс образования блистеров была проведена серия экспериментов с медными мишенями при температуре мишени вблизи 370 К при энергии протонов 100 кэВ. Результат измерений приведен на рис. 10. Мишень облучалась до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Порог блистеринга соответствует флюенсу  $\Phi_{\text{кр}} = 0,55 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Фотография поверхности мишени, полученная с помощью SEM показана на рис. 11.

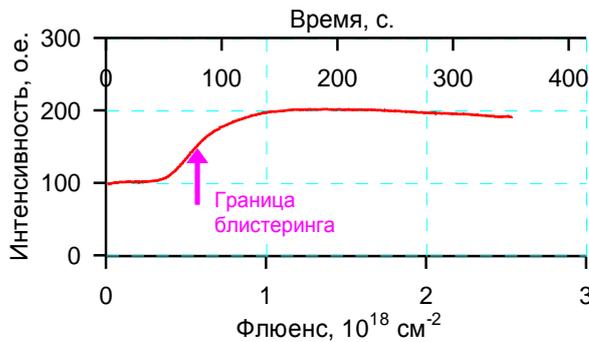


Рис. 10. Эксперимент по облучению медной мишени 100 кэВ протонным пучком при температуре мишени 367 К, до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ .  $J = 1,5 \text{ мА}$ ,  $j = 1,1 \text{ мА/см}^2$

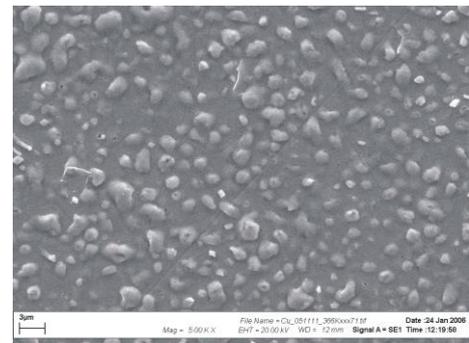


Рис. 11. Изображение поверхности медной мишени сделанное с помощью SEM, соответствует флюенсу  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ .

Следующим шагом было проведение экспериментов по облучению медной мишени 200 кэВ протонным пучком при температуре мишени  $T = 296 \text{ К}$ . Результаты одного из этих экспериментов представлены на рис. 12а. Из этого графика была получена граница блистеринга. Она составила  $\Phi_{\text{кр}} = 1,42 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Эта величина согласуется с известными данными. В этом эксперименте мишень облучалась до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , полный ток пучка и плотность тока составили  $J = 0,33 \text{ мА}$ ,  $j = 0,1 \text{ мА/см}^2$ .

Как и в случае со 100 кэВ протонами, в экспериментах с 200 кэВ протонами была получена зависимость границы блистеринга от температуры мишени. Этот эксперимент проводился при температуре мишени  $T=366$  К. Экспериментальные результаты, полученные при этих условиях, представлены на рис. 12б. На диаграмме показана зависимость поведения интенсивности диффузно рассеянного света от флюенса. Граница блистеринга полученная из полученных данных возросла до  $\Phi_{кр}=10 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , полный ток пучка и плотность тока составили  $J=1$  мА,  $j=1,3$  мА/см<sup>2</sup>. Видно, что граница блистеринга возросла по сравнению с экспериментами со 100кэВ протонным пучком и температурой мишени 366 К.

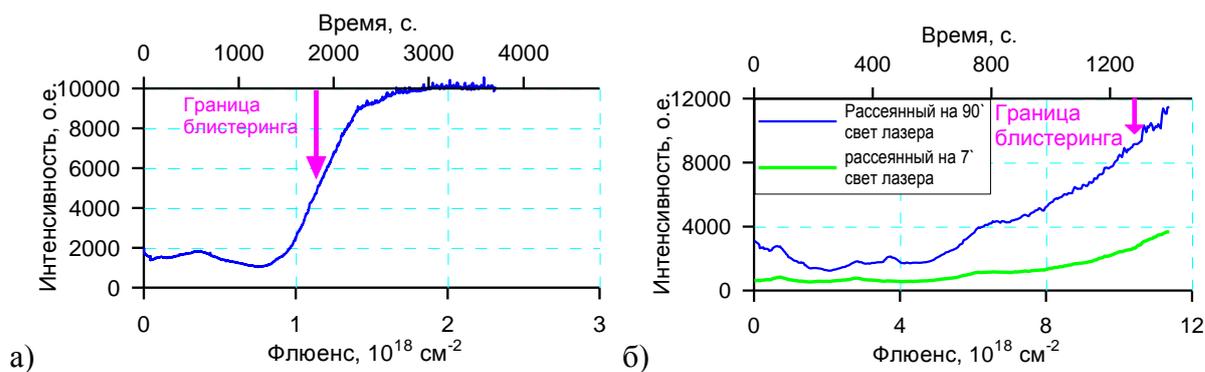


Рис. 12. Эксперимент по облучению медной мишени 200 кэВ протонным пучком. Зависимость интенсивности диффузно - рассеянного света от флюенса. а) соответствует температуре мишени  $T=296$  К, флюенсу  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $J=0,33$  мА,  $j=0,1$  мА/см<sup>2</sup>; б) соответствует температуре мишени  $T=366$  К, флюенсу  $11,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $J=1$  мА,  $j=1,3$  мА/см<sup>2</sup>.

Было проведено 2 эксперимента по облучению вольфрамовых мишеней протонным пучком с энергией 100 кэВ и температурой мишени 300 и 370 К. При комнатной температуре ( $T=303$  К) измерялись только флюенс и параметры протонного пучка. Мишень облучалась до флюенса  $10 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Это число определялось из известной литературы. Блистеринг наблюдался. Изображение поверхности мишени полученное с помощью оптического микроскопа представлено на рис. 13. Поверхность мишени была изначально прокатана и не отполирована. На рисунке видно, что блистеры образуют линию вдоль борозды после обработки.

В эксперименте с вольфрамовой мишенью при температуре 368 К регистрировалась интенсивность диффузно-отраженного сигнала. Для этого эксперимента поверхность мишени была отполирована. Поведение интенсивности в зависимости от флюенса представлено на рис. 15. Как видно в первый момент интенсивность отраженного сигнала возрастает. Это связано с началом появления

блистеров. Но после набора некоторого флюенса интенсивность начинает падать. Это связано с ростом черноты поверхности. В результате мы не смогли определить точную границу блистеринга непосредственно из этих данных. Однако ее можно определить в диапазоне  $\Phi_{кр}=(2-4)\cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Изображение поверхности мишени после облучения в этом эксперименте показано на рис. 14.

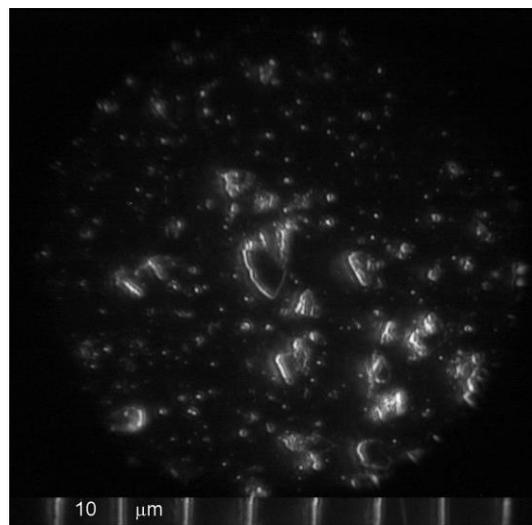
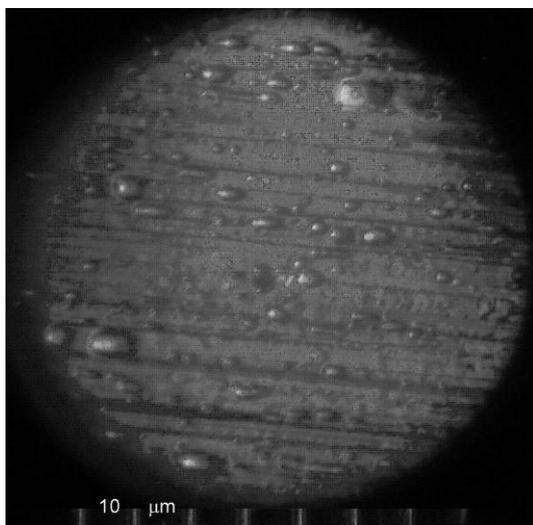


Рис. 13. Изображение поверхности вольфрамовой мишени после облучения 100 кэВ протонным пучком при температуре мишени 303 К до флюенса  $10\cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , полученное с помощью оптического микроскопа

Рис. 14. Изображение поверхности вольфрамовой мишени после облучения 100 кэВ протонным пучком при температуре мишени 366 К до флюенса  $8\cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , полученное с помощью оптического микроскопа

Рис. 14. Изображение поверхности вольфрамовой мишени после облучения 100 кэВ протонным пучком при температуре мишени 366 К до флюенса  $8\cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , полученное с помощью оптического микроскопа

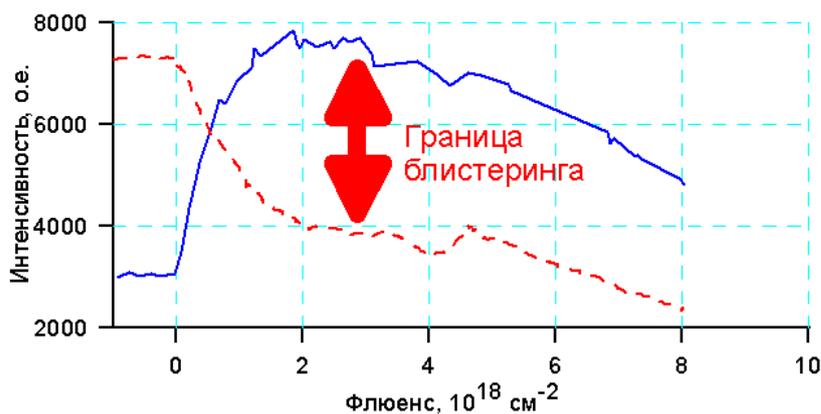


Рис. 15. Эксперимент проведенный 05.11.22 по облучению вольфрамовой мишени пучком протонов с энергией 100 кэВ при температуре мишени 366 К до флюенса  $8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Поведение интенсивности диффузно-рассеянного (сплошная кривая) и зеркально отраженного (прерывистая линия) света лазера полученное цифровой фотокамерой

В некоторых экспериментах с горячей мишенью мы наблюдали упорядоченное размещение блистеров на поверхности мишени. Пример этого события показан на рис. 16. Как можно видеть блистеры образуют линию. Этот эффект объясняется существованием упорядоченных дислокаций на поверхности мишени связанных с бороздами появившимися в результате механической обработки поверхности (алмазного точения). Вблизи центра мишени эти линии выглядят как дуги окружности. Поверхностная плотность блистеров не высока. Это объясняется меньшим достигнутым флюенсом ( $11,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ). Эксперимент был остановлен вскоре после прохождения границы блистеринга. Следовательно, появление пузырьков начинается вблизи поверхностных дислокаций и видны при низких флюенсах, но при возрастании флюенса они растут неупорядочено. Поведение диффузно отраженного света в этом эксперименте представлено на рис. 12б. Граница блистеринга  $\Phi_{кр} = 10 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ .

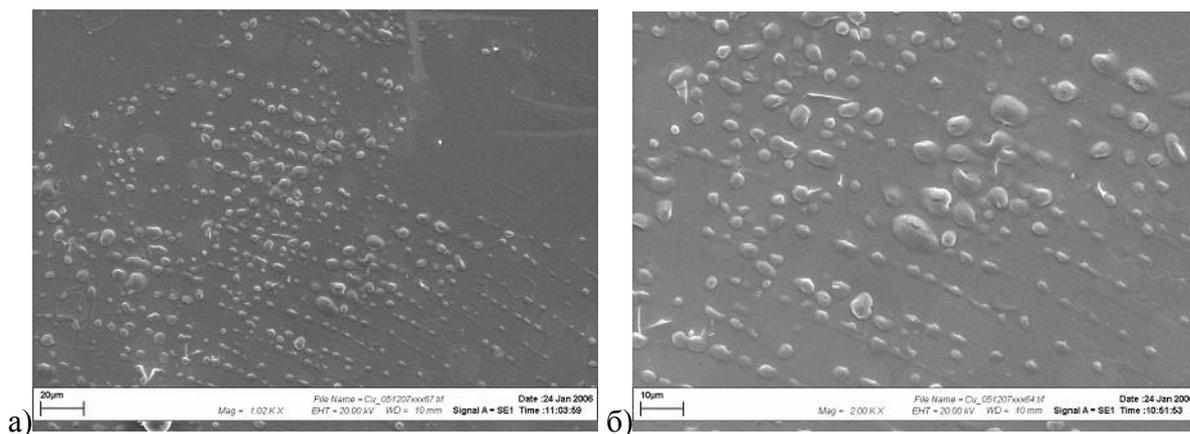


Рис. 16. Изображение медной мишени, полученное с помощью SEM при разных коэффициентах увеличения после облучения 190 кэВ протонным пучком при температуре мишени 366 К облученной до флюенса  $11,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $J=1 \text{ мА}$ ,  $j=1,3 \text{ мА/см}^2$

## Распределение H по глубине

Согласно классической теории блистеринга [14], разработанной для облучения материалов гелием, диффузия которого мала и концентрация определяется брэговским пиком, основной величиной, определяющей порог блистерообразования, является концентрация атомов газа, имплантированного в толщу материала. Для водорода при рассматриваемых параметрах пучков эта концентрация определяется скоростью диффузии имплантируемых атомов в материале. Поэтому за времена имплантации водорода брэговский пик расплывается (рис. 17, 18). Вторичными эффектами, которые могут существенно влиять на критический флюенс, являются накопление в материале радиационных дефектов и изменение структурных и прочностных свойств материала подложки под действием облучения. При этом максимальная концентрация водорода в мишени существенно зависит от плотности тока пучка, в то время как уровень радиационных повреждений определяется полной накопленной дозой.

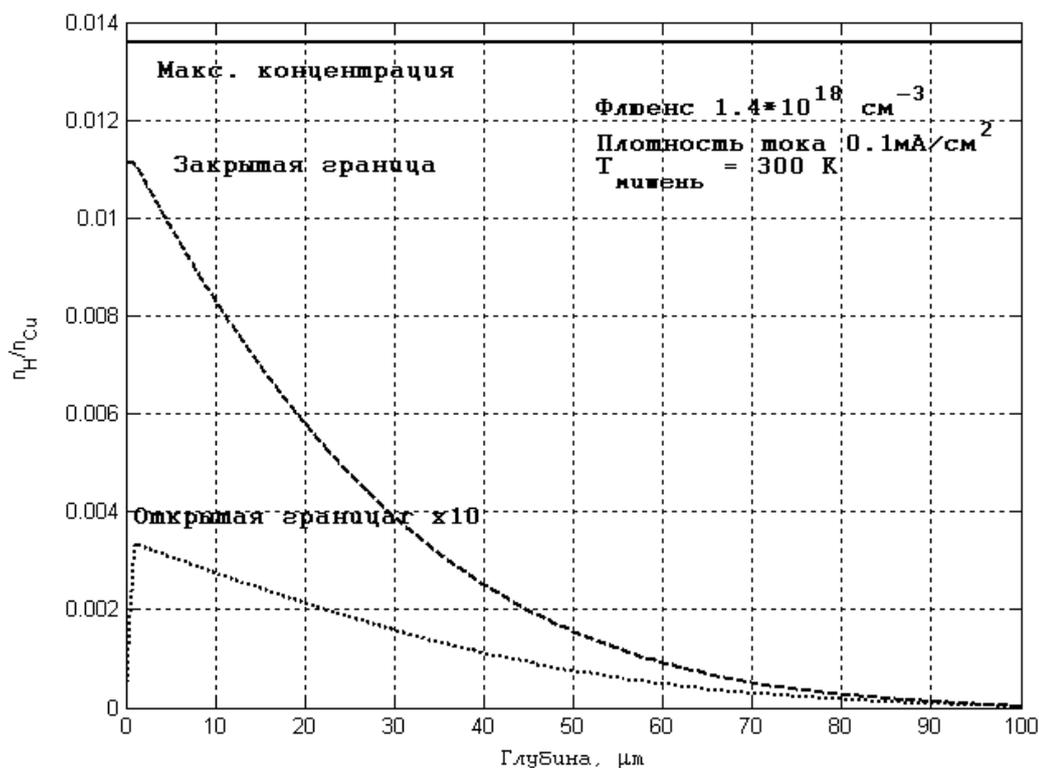


Рис. 17. Рассчитанное распределение концентрации водорода внутри медной мишени при ее облучении пучком ионов водорода 200 кэВ, 0,1 мА/см<sup>2</sup> при температуре 300 К и флюенсе  $1,4 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup>.

Медь относится к материалам, эндотермически взаимодействующим с растворенным в них водородом. Такие материалы характеризуются малой способностью к растворению водорода, которая увеличивается с ростом температуры,

и низкими коэффициентами диффузии водорода в металле. При температуре 300 К коэффициент диффузии равен  $2,1 \cdot 10^{-9} \text{ см}^2/\text{с}$ .

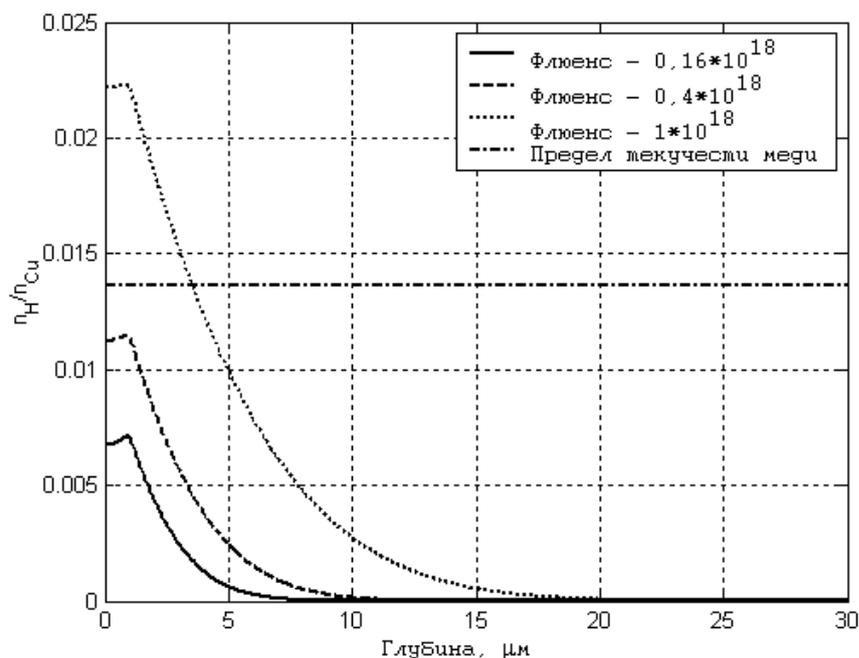


Рис. 18. Расчет распределения водорода в медной мишени с закрытой границей, при температуре медной мишени  $T=297 \text{ К}$ , плотности тока пучка  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$  и полном токе пучка  $J=1,5 \text{ мА}$ , При достижении различных флюенсов: сплошная линия соответствует флюенсу  $0,16 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , пунктирная линия – флюенсу  $0,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , точечная линия – флюенсу  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , прямая изображенная пунктир с точкой – соответствует пределу текучести.

На рис. 17 показано рассчитанное распределение концентрации водорода внутри медной мишени при ее облучении пучком ионов водорода 200 кэВ,  $0,1 \text{ мА/см}^2$  при температуре 300 К и флюенсе  $1,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  (что соответствует экспериментально измеренному критическому флюенсу).

Сплошная прямая линия соответствует концентрации водорода при предельном давлении. Верхняя и нижняя кривые построены для различных условий на входной поверхности мишени – верхняя кривая (на графике показана пунктиром) соответствует нулевому рекомбинационному потоку с поверхности, а нижняя (на графике показана точками) – нулевой концентрации на границе (максимальный рекомбинационный поток), линия показывает предельную концентрацию водорода в меди соответствующую пределу текучести. Отметим, что поскольку энергия растворения водорода в меди положительная, оценки рекомбинационного потока в соответствии с классической теорией дают очень большие значения. В реальном эксперименте не принималось никаких мер по очистке поверхности, так что реальное значение потока

водорода с поверхности значительно меньше приведенной оценки.

На рис. 18 показано распределение водорода в медной мишени, при температуре медной мишени  $T=297\text{ К}$ , плотности тока пучка  $j=1,1\text{ мА/см}^2$  и полном токе пучка  $J=1,5\text{ мА}$ , при различных флюенсах: сплошная линия соответствует флюенсу  $0,16 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-2}$ , пунктирная линия – флюенсу  $0,4 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-2}$ , точечная линия – флюенсу  $1 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-2}$ , прямая изображенная пунктир с точкой – соответствует пределу текучести. Расчет делался для эксперимента 05.11.11, зависимость интенсивности диффузно рассеянного света от флюенса показана на рис. 7, предельный флюенс  $2,6 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-2}$ .

Динамика изменения концентрации водорода в приповерхностном слое медной мишени, представленная на рис. 18, показывает, что с помощью этой теории возможна качественная оценка «границы блистеринга». Хотя наше определение «границы блистеринга» находится ниже предела текучести, но с точностью 30% (радиационные дефекты, способ подготовки мишени) они совпадают.

## Измерение размеров и плотности блистеров

Из полученных фотографий поверхности мишени после облучения было вычислено (посчитано): количество блистеров и их размеры. Из полученных данных были вычислены такие параметры как – средний размер блистеров, их средняя плотность. Были построены гистограммы распределения блистеров по размерам в зависимости от температуры.

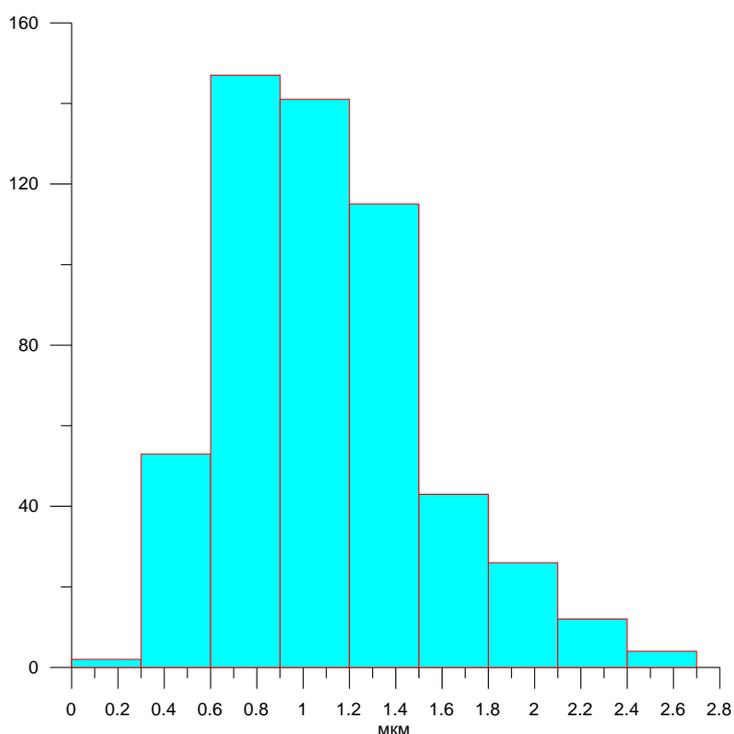
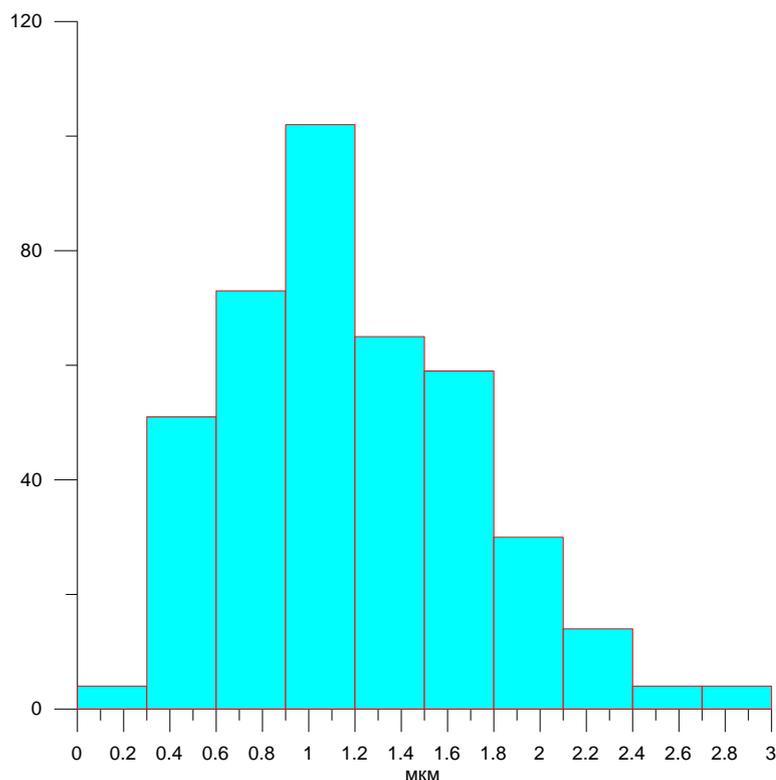


Рис. 18. Гистограмма распределения размеров блистеров при облучении медной мишени при температуре мишени  $T=297$  К, энергии протонов 100 кэВ, до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $J=1,5 \text{ мА}$ ,  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$ .

На рис.18 представлена гистограмма распределения размеров блистеров при облучении медной мишени при температуре  $T=297$  К, пучком протонов с энергией 100 кэВ, полным током и плотностью тока  $J=1,5 \text{ мА}$ ,  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$ , до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , эксперимент 05.11.11. Плотность блистеров составила  $\rho=2,74 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ , количество блистеров - 543, минимальный размер блистеров -  $0,25 \pm 0,063 \text{ мкм}$ , максимальный размер блистеров -  $2,625 \pm 0,063 \text{ мкм}$ , средний размер блистеров -  $1,101 \pm 0,063 \text{ мкм}$ , отклонение среднего – 0,434 мкм.

На рис.19 представлена гистограмма распределения размеров блистеров при облучении медной мишени при температуре  $T=367$  К, пучком протонов с энергией 100 кэВ, полным током и плотностью тока  $J=1,5 \text{ мА}$ ,  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$ , до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , эксперимент 05.11.11. Плотность блистеров составила  $\rho=2,05 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ ,

количество блистеров - 406, минимальный размер блистеров -  $0,288 \pm 0,096$  мкм, максимальный размер блистеров -  $2,981 \pm 0,096$  мкм, средний размер блистеров -  $1,186 \pm 0,096$  мкм, отклонение среднего –  $0,509$  мкм.



*Рис. 19. Гистограмма распределения размеров блистеров при облучении медной мишени при температуре мишени  $T=367$  К, энергии протонов  $100$  кэВ, до флюенса  $2,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ,  $J=1,5$  мА,  $j=1,1$  мА/см<sup>2</sup>.*

Из полученных данных видно, что с ростом температуры плотность пузырьков уменьшается. Это объясняется тем, что с ростом температуры «граница блистеринга» увеличивается (рис. 18 соответствует  $T=296$  К,  $\Phi_{кр}=0,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ; рис. 19 -  $T=367$  К,  $\Phi_{кр}=0,55 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ) и при прочих одинаковых условиях (флюенс, энергия протонов, ток и плотность тока пучка) количество пузырьков уменьшается.

## Выводы

Впервые проведены исследования образования пузырей на поверхностях медных и вольфрамовых приемников мощных протонных пучков с высокой плотностью тока (до  $1,4 \text{ мА/см}^2$ ) при различных температурах мишеней и энергии протонов.

Для наблюдения за поверхностью мишени непосредственно во время эксперимента была создана оптическая диагностика. Диагностика основывается на эффекте возрастания интенсивности диффузно рассеянного света от изучаемой поверхности и уменьшении зеркально отраженного света из-за увеличения шероховатости поверхности связанной с появлением блистеров.

Для медной мишени резкой границы блистеринга не наблюдалась. В процессе облучения, после набора некоторой дозы блистеры начинают появляться, затем их плотность насыщается, и новые блистеры не могут быть определены с помощью диагностики. Границу блистеринга мы “определили” как середину между максимумом и минимумом интенсивности диффузно рассеянного света. Это соответствует покрытию блистерами с размером  $\sim 1,1 \text{ мкм}$   $\sim 4\%$  облучаемой мишени.

Было замечено, что блистеры, зарождаясь, образуют регулярную структуру, соответствующую дефектам, образующимся при механической обработке мишени. То есть граница блистеринга зависит от способа приготовления мишени.

Критическая доза для развития блистеринга на медной мишени зависит от энергии протонов и температуры мишени. Она возрастает от  $\sim 0,4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  ( $T=296 \text{ К}$ ,  $E_{\text{beam}}=100 \text{ кэВ}$ ) до  $10^{19} \text{ см}^{-2}$  ( $T=366 \text{ К}$ ,  $E_{\text{beam}}=200 \text{ кэВ}$ ).

Были вычислены средние размеры блистеров и их плотность на медных мишенях при облучении пучком протонов с энергией  $100 \text{ кэВ}$ , полным током и плотностью тока  $J=1,5 \text{ мА}$ ,  $j=1,1 \text{ мА/см}^2$ , до флюенса  $2,5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , при температурах мишеней  $T=297 \text{ К}$  (плотность блистеров составила  $\rho=2,74 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ , средний размер блистеров -  $1,101 \pm 0,063 \text{ мкм}$ , отклонение среднего -  $0,434 \text{ мкм}$ ) и  $T=367 \text{ К}$  (плотность блистеров составила  $\rho=2,05 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ , средний размер блистеров -  $1,186 \pm 0,096 \text{ мкм}$ , отклонение среднего -  $0,509 \text{ мкм}$ ).

## Литература.

- [1] – Primak W. - *J. Appl. Phys.*, 1963, v. 33, p. 3630
- [2] – Kaminsky M. – *Bull. Am Phys. Soc.*, 1963, v. 8, p. 428
- [3] - Primak W., Luthra J. - *J. Appl. Phys.*, 1966, v. 37, p. 2287
- [4] – Das S., Kaminski M. – In: *Proc. Of Symposium on Radiation Effects on Solid Surface.* – Chicago: *Adv. Chem. Series*, 1975
- [5] – Гусева М.И., Евмененко М.Е., Иванов С.Н., Мартыненко Ю.В. – *АЭ*, 1981, т. 50, 143
- [6] - Das S., Kaminski M. - *J. Appl. Phys.*, 1973, v. 44, h. 2520
- [7] – Roth J., Behrisch R., Schezer B.M.U. – *J. Nucl. Mat.*, 1974, v. 56, p. 365
- [8] – Guseva M.I., Gusev V.M., Martinenko Yu.V, Das S.K., Kaminski M. – *Ibid.*, 1979, v. 85-86, p. 1111
- [9] – Thomas G.J., Wilson K.L. – *ANL Trans.*, 1977, v. 27, p.273
- [10] – Грибанов Ю.А., Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Рыбалко В.Ф., Толстолицкая Г.Д., Головня В.Я., Доля Г.П. – *Вопросы атомной науки и техники. Сер. «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*, 1979, вып 3 (11)
- [11] – Шелякин Л.Б., Шульце Р.Д., Юрасова В.Е. – *Физ. плазмы*, 1975, т. 1, с. 488
- [12] – Bennet H.E. // *JOSA*, 1963, vol.53, p.1389.
- [13] - T.Armstrong, R.Corliss, P.Johnson // *J.of Nuc.Mat.*, v.98, (1981), pp.338-344
- [14] – Гусева М.И., Мартыненко Ю.В. *Радиационный блистеринг.*// *УФН*, т. 135, №4, 1981, стр. 671-691.