МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ 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

Балаша Ильи Ильича

(Фамилия, Имя, Отчество автора)

 Тема работы
 Измерение динамики остаточных напряжений в меди

 после облучения электронным пучком

«К защите допущена»

Заведующий кафедрой

Иванов А. А.

д. ф.-м. н., профессор

заместитель директора по научной работе,

ИЯФ СО РАН

Научный руководитель

Толочко Б. П.

д. х. н., г. н. с.

руководитель лаборатории, ИХТТМ СО РАН

Новосибирск, 2018

Оглавление	
Введение	3
Метод измерения остаточных напряжений	5
Устройство установки ВЕТА	7
Параметры синхротрона и рабочих станций	8
Станция «Аномальное рассеяние»	8
Станция «Дифракционное кино»	9
Выбор материала для исследования	12
Подготовка образцов	13
Измерение постоянных напряжений и деформаций	14
Измерение динамических эффектов	17
Заключение	20

Введение

В термоядерном реакторе предполагается наличие периодических импульсных нагрузок на стенки. При таких импульсных тепловых нагрузках остаточные деформации возникают пластические И механические напряжения, которые могут приводить к разрушению материала. Такие остаточные напряжения были измерены в вольфраме после моделирования импульсной тепловой нагрузки электронным пучком [1]. Однако в реальных условиях термоядерного реактора после импульсного воздействия материал остается нагретым, из-за чего остаточные напряжения и деформация вещества меняются во времени - релаксируют. Остаточную деформацию материала можно измерять по изменению угла дифракции синхротронного излучения (СИ). Поэтому релаксацию остаточных деформаций и напряжений можно наблюдать на станции рассеяния СИ при нагреве образца. Возникла гипотеза: релаксация остаточных напряжений за время между двумя чередующимися тепловыми импульсами может быть достаточной, чтобы вернуть материал в начальное состояние и предотвратить разрушение материала. Задачей данной работы была отработка технологии измерения динамики остаточных напряжений для проверки этой гипотезы. Для этого было необходимо создание и измерение остаточных деформаций и напряжений в образце. Медь была выбрана в качестве материала образцов изсвоей низкой температуры за отжига И значительного остаточного напряжения. В дальнейшем планируется провести аналогичный эксперимент с вольфрамовыми образцами. Импульсное тепловое воздействие было произведено на установке ВЕТА на комплексе ГОЛ-3. После облучения медные образцы были изучены на предмет наличия остаточных напряжений методами рентгеновской дифрактометрии, на установке «Аномальное рассеивание» на канале №2 ВЭПП-3. Далее динамика релаксации остаточных напряжений была измерена с помощью установки "Дифракционное кино" на канале №5b ВЭПП-3.

Метод измерения остаточных напряжений

Атомы материала, находясь в составе кристаллических решеток, образуют плоскости. Рентгеновское излучение отражается OT этих плоскостей, на чем и основан метод рентгеновской дифрактометрии. При лучей происходит дифракция, отражении рентгеновских причем присутствуют выраженные максимумы дифрагированного излучения. определенным Кажлый дифракционных максимумов ИЗ связан с межплоскостным расстоянием интенсивностью. Положение И дифракционных максимумов описывается законом Брэгга-Вульфа:

$$n\lambda = 2d\sin\theta,\tag{1}$$

где n – порядок дифракции, λ - длина волны излучения, d – межплоскостное расстояние, θ – угол между падающим лучом и кристаллической плоскостью. При упругой деформации с изменением межплоскостного расстояния с d_0 на $d_0 + \delta d$ угол рассеяния меняется следующим образом:

$$\sin\theta = \frac{n\lambda}{2} \frac{1}{d_0 + \delta d}.$$
 (2)

Исследуется только упругая часть деформации, поскольку пластичная деформация не меняет межплоскостного В деформированном расстояния. теле изменение расстояния между плоскостями с нормалью *n_i* определяется как

$$\delta d = d_0 \varepsilon_{ij} n_i n_j, \tag{3}$$

где *є_{ії}* – тензор деформаций. В данном случае



Рисунок 1. Схема дифракции в плоскости рассеяния: *k* и *k*' – волновые вектора падающего и рассеянного излучения; штриховая линия – кристаллическая плоскость

$$n_x = \sin(\psi - \theta) \cos\varphi, \tag{4}$$

$$n_y = \sin(\psi - \theta) \sin \varphi, \tag{5}$$

$$n_z = \cos(\psi - \theta),\tag{6}$$

где φ – угол поворота вокруг оси z, ψ – угол между поверхностью образца и падающим лучом рентгеновского излучения. Таким образом, из условия Вульфа-Брэгга можно получить взаимосвязь угла рассеяния и ориентацией образца (углы φ и ψ):

$$\frac{1}{\sin\theta} = \frac{2d_0}{n\lambda} (1 - \varepsilon_{xx}(\sin(\psi - \theta))^2(\cos\varphi)^2 - \varepsilon_{yy}(\sin(\psi - \theta))^2(\sin\varphi)^2 - \varepsilon_{zz}(\cos(\psi - \theta))^2 - 2\varepsilon_{xy}(\sin(\psi - \theta))^2\cos\varphi\sin\varphi$$
(7)
$$- 2\varepsilon_{xz}\sin(\psi - \theta)\cos(\psi - \theta)\cos\varphi - 2\varepsilon_{yz}\sin(\psi - \theta)\cos(\psi - \theta)\sin\varphi).$$

Отсюда можно получить значения тензора деформаций подбором коэффициента $\frac{2d_0}{n\lambda}$. Для устранения компонент Этого тензора И неоднозначности следует использовать компонент тензора связь деформаций, следующую из отсутствия нормального к поверхности напряжения:

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{\sigma}{1-\sigma} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}), \tag{8}$$

где *σ* – коэффициент Пуассона. Далее, с помощью закона Гука можно получить компоненты тензора напряжений:

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\sigma} \Big(\varepsilon_{ij} + \frac{\sigma}{1-2\sigma} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \Big), \tag{9}$$

где Е-модуль Юнга.

Устройство установки ВЕТА

Установка ВЕТА – это длинноимпульсный электронный пучок, разработанный на комплексе ГОЛ-3 [2]. Пучок удобен для моделирования мощных импульсных тепловых нагрузок. Примером такой нагрузки может служить выброс горячей плазмы на стенку дивертора при возникновении неустойчивостей краевой плазмы (появление ЭЛМов в ИТЕР).



Рисунок 2. Эксперимент по транспортировке электронного пучка для диода с мультиапертурной системой электродов: 1-катушки магнитного поля, 2-генератор дуги, 3-катод, 4-анод диода; 5-электронный пучок, 6-приемник пучка (цилиндр Фарадея), 7-проходной изолятор.

Генератор электронного пучка имеет максимальную мощность 5 МВт, максимальную длительность импульса 0.2 мс, тепловую нагрузку до 3 МДж/м². Магнитное поле может достигать величины в 0.22 Т.

Параметры синхротрона и рабочих станций

Энергия электронов в накопителе ВЭПП-3 составляет около 2 ГэВ со средним током ~100 мА [3]. Вигглер с полем 2 Тл играет роль источника синхротронного излучения. При длине волны λ ~0.15–0.2 нм вертикальная расходимость пучка составляет ~0.25 мрад. Оценочный спектральный поток электронов N~3·10⁹ фотонов с мрад.

Станция «Аномальное рассеяние»

Станция «Аномальное рассеяние» на канале №2 ВЭПП-3М в Сибирском Центре Синхротронного Излучения (Институт Ядерной Физики СО РАН) создавалась для точных дифракционных исследований поликристаллов [4]. Установка включает в себя коллимационную систему, монохроматор, дифрактометр и систему автоматизации эксперимента.

Общая схема станции "Аномальное Рассеяние" представлена на Рис. 3. Вертикальная плоскость дифракции выбрана из-за того, что синхротронное излучение имеет линейную поляризацию в горизонтальной плоскости Танталовые орбиты электронов [4]. щели шириной $0.1 \div 2.5$ MM (горизонтальная) и 5 мм (вертикальная) образуют апертуру входного пучка СИ и расположены в ~10 м от точки излучения. В качестве монохроматора совершенный плоский Si (111).установлен кристалл Монохроматизированное излучение имеет длину волны ~0.05÷0.4 нм и степень монохроматизации ~(1-3) · 10⁻⁴. За монохроматором установлена фоновая щель и ловушка для части первичного пучка, прошедшей через кристалл. Часть излучения рассеивается на тонком алюминиевом рассеивателе, после чего используется для мониторинга интенсивности сцинтилляционным детектором, работающем в режиме счета импульсов. Значение интенсивности в мониторе обычно составляет (3–8) ·10⁴ фотон/сек и зависит от величины тока в накопителе. Детектор также используется для настройки монохроматора на определенную длину волны излучения с ошибкой, не превышающей (1-5)·10⁻⁵ нм.



Основа дифрактометра – два прецизионных гониометра Microcontrol, благодаря которым может осуществляться независмое движение образца и детектора с минимальным шагом по углу 0.001°. Плоский совершенный кристалл Ge (111) работает в качестве анализатора спектра, исключая регистрацию высших гармоник и делая дифрактометр нечувствительным к смещению образца. Детектор, схожий с тем, что используется для мониторинга входного сигнала, регистрирует дифрагированное излучение. Система автоматизации на базе персонального компьютера контролирует состояние станции и собирает экспериментальные данные.

Станция «Дифракционное кино»

Станция "Дифракционное кино" смонтирована на канале №5b вывода синхротронного излучения накопителя электронов ВЭПП–3М в Сибирском

9

Центре Синхротронного Излучения (Институт Ядерной Физики СО РАН) [5]. Данная установка создавалась для исследования фазовых превращений в процессе химических реакций с высоким временным разрешением и съемки слаборассеивающих объектов. Установка включает в себя монохроматор, зеркало для вертикального сужения пучка, печь с модулем контроля температуры "Термодат" и однокоординатного детектора ОД-3 [6].

Общая схема станции изображена на Рис. 4. «Белый» пучок от вигглера попадает через вакуумную камеру на монохроматор [6]. Идеальный и асимметрично вырезанный кристалл Si(111) позволяет получить узкий пучок монохроматического рентгеновского излучения с λ ~1.5 Å, $\Delta\lambda/\lambda$ ~10⁻³-10⁻⁴. Вогнутое полированное покрытое золотом стеклянное зеркало длиной 150 мм используется для вертикального сужения пучка. Зеркало позволяет увеличить пространственное разрешение (до 200 мм) почти без потери интенсивности в отличие от обычной щели. Кроме того, зеркало отсекает высокие гармоники от монохроматора.



Рисунок 4. Общая схема экспериментальной станции на канале №5b вывода СИ накопителя электронов ВЭПП-3

Точное угловое разрешение может быть получено точечным детектором с сцинтиллятором (как на станции "Аномальное рассеяние"). Но это занимает много времени, поэтому этот метод не подходит для экспериментов в реальном времени. Однокоординатный детектор снимает поперечное сечение конусов дифракции и собирает данные в широком угловом диапазоне, уменьшая время сбора данных. Станция оснащена однокоординатным безпараллаксным детектором ОД-3. Детектор имеет 3328 каналов, фокусное расстояние 350 мм, угол регистрации ~30 градусов, максимальную загрузку – около 10 МГц, минимальное время кадра – 1 мкс, максимальное кол-во кадров – 64 (при максимальном угловом разрешении) [5]. Для изменения температуры исследуемого образца установлена печь оригинальной конструкции, нагрев происходит с помощью излучения. Термический контроль осуществляется модулем "Термодат". Температура образца измеряется с помощью термопары.

Выбор материала для исследования

Наиболее перспективным материалом ДЛЯ первой стенки термоядерного реактора является вольфрам. Однако, на момент проведения работы на станции рассеяния СИ не было доступной печки, способной греть до температуры отжига вольфрама. У доступной печки максимальная температура нагрева была ~600°С. Поэтому были предложены доступные материалы с более низкой температурой отжига: медь, нержавеющая сталь и бронза. Было необходимо выбрать материал с низкой температурой отжига и достаточно заметным эффектом деформации, чтобы была возможность моделировать взаимодействие плазмы с помощью установки ВЕТА. По справочным материалам были вычислены диагональные компоненты тензора деформаций при напряжении равном пределу текучести и пределу прочности. Необходимы для этого справочные данные приведены в Таблице 1. Нержавеющая сталь не подошла из-за высокой температуры отжига. Из меди и бронзы выбрали медь, потому что ожидаемый измеряемы эффект у бронзы оказался в несколько раз меньше, чем у меди при напряжении, равном пределу прочности.

	Температура отжига, К	Теплопроводность, ВТ/(м·К)	Удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К)	Предел текучести, МПа	XX-компонента относительной деформации при пределе текучести, 10 ⁻³	ZZ-компонента относительной деформации при пределе текучести, 10 ⁻³	Предел прочности, МПа	XX-компонента относительной деформации при пределе прочности, 10 ⁻³	ZZ-компонента относительной деформации при пределе прочности, 10 ⁻³	Модуль Юнга, ГПа	Коэффициент Пуассона
Вольфрам	1500- 1700	128- 180	134	941	1.909	-1.559	1510	3.063	-2.502	350	0.29
Медь	800- 1000	371- 407	385	70	0.414	-0.445	220	1.3	-1.4	110	0.35
Нерж. сталь	1200- 1450	16- 19	504	520	1.874	-1.531	860	3.099	-2.532	193- 200	0.29
Бронза	900- 950	67	377	72	0.475	-0.447	76	0.502	-0.472	103	0.32

Таблица 1. Свойства рассматриваемых материалов

Подготовка образцов

В качестве объекта исследования были выбраны медные пластины с габаритами 25 x 25 x 4 мм. Нагрузка на пластины была рассчитана по следующей формуле [3]:

$$T_{max} = T_0 + 2\sqrt{\frac{\tau}{\pi C_p D}}W,$$
(10)

где T_{max} – конечная температура, T_0 – начальная температура, τ – длительность импульса, C_p – удельная теплоемкость при постоянном давлении, D – теплопроводность, W – мощность нагрева. Мощность можно представить, как произведение напряжения на плотность тока, откуда, подставив в (10) температуру плавления и другие параметры меди, а также длительность импульса, был приближенно оценен полный ток пучка, соответствующий порогу плавления меди. Постепенно увеличивая полный ток, было найдено значение, при котором образец плавился – 44 А. Уменьшив ток, было определено значение, при котором плавления нет – 14 А. Одна пластина не облучалась, по ней была исследована медь без напряжений. Вторая пластина однократно облучалась пучком с энергией электронов 94 кэВ, длительностью импульса 160 мкс, полным током пучка 14 А, диаметром пятна ~35 мм. Третья пластина пятикратно облучалась пучком с теми же параметрами, что и вторая. Четвертая пластина (расплавленная) облучалась пучком с полным током 44 А и теми же остальными параметрами, что вторая и третья пластина.

Измерение постоянных напряжений и деформаций

В ходе первого эксперимента были изучены четыре медных мишени: необлученная, однократно облученная, пятикратно облученная и расплавленная. С помощью дифрактометрии были измерены зависимости интенсивности рассеянного синхротронного излучения от угла рассеяния 2θ . Все измерения проводились дважды, для угла поворота образца вокруг оси z $\varphi = 0^{\circ}$ и $\varphi = 90^{\circ}$. Дифракционные картины были получены для различных



Угол рассеяния СИ, ° Рисунок 5. Интенсивность рассеянного СИ на однократно облученном образце в зависимости от угла рассеяния при различных ψ , $\phi = 90^{\circ}$

углов наклона образца ψ , для каждого из которого по аппроксимации результата методом наименьших квадратов суммой Лоренцевского и Гауссова профилей был найден угол с пиковой интенсивностью рассеянного СИ. Подставляя полученные пики в формулы зависимости угла рассеяния от углов ψ и ϕ , фиттингом были получены компоненты тензора деформаций, а по ним с помощью закона Гука были вычислены компоненты тензора напряжений.



Рисунок 6. Зависимость угла рассеяния СИ от ориентации на необлученном (пунктирная линия, квадраты) и однократно облученном (сплошная линия, круги) образцах

При расчетах были использованы некоторые соображения. Из симметрии поворота, сдвига и тонкости слоя можно заключить, что

$$\sigma_{zz} = \sigma_{zx} = \sigma_{zy} = \sigma_{xy} = 0. \tag{11}$$

Остаётся две ненулевых диагональных компоненты тензора напряжений. Следовательно, тензор деформаций тоже имеет только диагональные компоненты. Используя эти рассуждения получаем из 6 уравнений на 12 неизвестных только 2 уравнения на 3 неизвестных. Распишем уравнение для σ_{zz} и свёртку

$$0 = \frac{E}{3(1-2\sigma)}\varepsilon_{kk} + \frac{2E}{3(1+\sigma)}(\varepsilon_{zz} - \varepsilon_{xx}), \qquad (12)$$

$$2\sigma_{xx} = 3\frac{E}{3(1-2\sigma)}\varepsilon_{kk}.$$
(13)

Можно выразить одну из компонент тензора деформаций через другую

$$\varepsilon_{zz} = \varepsilon_{xx} \frac{-2\sigma}{1-\sigma'},\tag{14}$$

и обе из них через σ_{xx}

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{2\sigma}{E}\sigma_{xx},\tag{15}$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1-\sigma}{E}\sigma_{xx}.$$
(16)

Компоненты тензоров деформаций	необлученный	1-кр. облученный	5-кр. облученный	Расплавленный
$\varepsilon_{xx}, 10^{-3}$	-0.06	1.43	1.13	0.3
$\varepsilon_{yy}, 10^{-3}$	0.4	0.91	0.82	0.3
$\varepsilon_{zz}, 10^{-3}$	-0.18	-1.26	-1.05	-0.32
$\varepsilon_{\rm xz}, 10^{-3}$	-0.14	0.04	0.09	0
$\varepsilon_{yz}, 10^{-3}$	0.16	0.05	0.04	0

Таблица 2. Компоненты тензоров деформаций, полученные по дифракции

Компоненты тензоров напряжений	необлученный	1-кр. облученный	5-кр. облученный	расплавленный
σ _{xx} , ΜΠa	9	219	178	51
σ _{yy} , MΠa	47	177	152	51
σ _{xz} , MΠa	-11	3	7	0
σ _{yz} , ΜΠa	13	4	3	0

Таблица 3. Компоненты тензоров напряжений, полученные по дифракции

Измерение динамических эффектов

В ходе второго эксперимента были изучены необлученная и однократно облученная мишени. На этот раз эксперимент проводился при постоянном угле образца (~45°), а температура изменялась таким образом, чтобы можно было изучить изменение положения дифракционного пика при повышающейся, понижающейся и постоянной температуре. С помощью дифрактометрии были измерены зависимости положения дифракционного пика от времени, а с помощью термопары была измерена временная зависимость температуры (Рис. 7а, 7б). Совмещением этих зависимостей по



Рисунок 7. Временная зависимость температуры (а) – необлученного образца, (б) – облученного образца

времени были получены функции зависимости положения пика от температуры (Рис. 8).

В случае необлученного образца имел место эффект теплового расширения. В случае однократно облученного образца добавлялся также эффект релаксации. Чтобы анализировать отдельно эффект релаксации, эффект теплового расширения необлученного образца был представлен в виде линейной функции и вычтен из зависимости облученного образца. Ожидалось, что при начальном увеличении температуры до максимальной угол рассеяния уменьшится, а при дальнейших изменениях температуры



Рисунок 8. Зависимость положения дифракционного пика от температуры необлученного (синий) и облученного (красный) образцов

будет оставаться на фиксированном уровне (Рис. 9). В действительности же



Рисунок 9. Ожидаемый эффект релаксации

Рисунок 10. Изменение положения дифракционного пика с учетом теплового расширения

имела место петлевая форма функции положения пика на последних этапах изменения температуры (Рис. 10).

Была совершена попытка объяснить эту петлевую форму рассинхронизацией зависимостей положения пика и температуры по

времени. Рассинхронизация могла быть вызвана тем, что термопара находится в удаленном от падения пучка СИ месте. Для компенсирования этой неточности при совмещении данных о положении пика и о температуре вводились различные временные поправки. При введении поправки в 2 минуты (Рис. 11) конечная часть графика действительно приняла форму схожую с ожидаемой, однако на начальном этапе вид зависимости наоборот ухудшился по сравнению с первоначальным результатом.

Чтобы получить корректные данные этот эксперимент был проведен заново, в этот раз с более медленным изменением температуры. Обработка и анализ новых данных покажет, являлось ли слишком быстрое изменение температуры источником неточности.



Рисунок 11. График положения дифракционного пика после введения временной поправки

Заключение

В ходе проведения работы медные образцы были облучены электронным пучком на установке ВЕТА для создания остаточных деформаций и напряжений. На станции рассеяния СИ «Аномальное рассеивание» на канале №2 ВЭПП-3 были измерены зависимости углов рассеяния дифракционных пиков от ориентации образцов. По ним были вычислены компоненты деформаций И тензоров напряжений. По тензоров сравнению С необлученным образцом угол рассеяния на деформированном образце изменился на ~0.1°. Образцы использовались для измерения релаксации напряжений по возвращению дифракционного пика в исходное положение. Были измерены зависимости положения дифракционных пиков OT температуры. Полученный результат отличался от ожидаемого наличием разброса положений пика в конечной части функции. После введения временной поправки разброс отклонений стал меньше при высоких температурах, однако увеличился при низких.

Список литературы

- [1] Аракчеев А. С., Шмаков А. Н., Шарафутдинов М. Р. и др. Моделирование взаимодействия плазмы с первой стенкой термоядерного реактора – измерения остаточных механических напряжений в вольфраме после облучения на установке ГОЛ-3 // Журнал структурной химии. – 2016. – Том 57, №7. – С. 1445-1450
- [2] Trunev, Yu. A., Arakcheev, A. S., Burdakov, A. V. et al. Heating of tungsten target by intense pulse electron beam // AIP Conference Proceedings, 1771, 060016 (2016)
- [3] Шмаков А. Н. Прецизионная дифрактометрия поликристаллов на синхронном излучении: Автореферат диссертации канд. физ.-мат. наук.
 – Новосибирск: ИК СО РАН, 1996. – 12 с.
- [4] Шмаков А. Н., Толочко Б. П., Дементьев Е. Н., Шеромов М. А. Модернизированная экспериментальная рентгенодифракционная станция на канале №2 вывода синхротронного излучения накопителя электронов ВЭПП-3 // Журнал структурной химии. 2016. Том 57, №7. С. 1395-1400
- [5] Паспорт эксперимента «Дифракционное кино» на станции СИ ВЭПП-3 // ЦКП "Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения"
- [6] Evdokov O. V., Titov V. M., Tolochko B. P., Sharafutdinov M. R. In situ time-resolved diffractometry at SSTRC // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2009. – Vol. 603, N 1 – 2. – P. 194–195.
- [7] Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М., Теория упругости. Издание 5-е, стереотипное. — М.: Физматлит, 2003. — 259 с. — (Теоретическая физика, т. VII)