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 <u>ФИЗИКИ ПЛАЗМЫ</u>_

Направление подготовки 03.04.02 ФИЗИКА

Образовательная программа: МАГИСТРАТУРА

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА

Балаша Ильи Ильича_

(Фамилия, Имя, Отчество автора)

 Тема работы
 Измерение релаксации вольфрама при нагреве

 после импульсного теплового воздействия

«К защите допущена»

Заведующий	кафедрой

к. ф.-м. н., доцент

с. н. с., ИЯФ СО РАН

Беклемишев А. Д./..... (фамилия И., О.) / (подпись, МП)

Научный руководитель

д. х. н., г. н. с.

руководитель лаборатории, ИХТТМ СО РАН

Толочко Б. П./..... (фамилия И., О.) / (подпись, МП)

Новосибирск, 2020

Введение	3
Метод измерения остаточных напряжений	4
Устройство установки ВЕТА	6
Параметры синхротрона и рабочих станций	7
Станция «Аномальное рассеяние»	7
Станция «Дифракционное кино»	9
Подготовка образцов	11
Измерение постоянных напряжений и деформаций	12
Измерение динамических эффектов	15
Заключение	18
Список литературы	19

Введение

Плазма в термоядерном реакторе оказывает тепловое воздействие на стенки в виде периодических импульсных нагрузок [1]. Эти импульсные причиной тепловые нагрузки являются возникновения остаточных пластических деформаций и механических напряжений, которые могут приводить к разрушению материала. Остаточные напряжения в вольфраме уже были измерены после моделирования импульсной тепловой нагрузки электронным пучком [2]. Однако в реальных условиях термоядерного реактора благодаря высокой температуре стенок остаточные напряжения и деформации материала могут релаксировать [3]. Остаточная деформация в материале быть измерена изменению дифракции может ПО угла синхротронного излучения (СИ). Благодаря этому релаксацию остаточных деформаций и напряжений можно измерять на станции рассеяния СИ при нагреве образца. Задачей данной работы была отработка методики измерения динамики остаточных напряжений. Для этого было необходимо создание и измерение остаточных деформаций и напряжений в образце. В качестве материала образцов использовался вольфрам. Образцы были облучены электронным пучком на установке ВЕТА комплекса ГОЛ-3. Далее остаточные напряжения были измерены с пространственным разрешением методами рентгеновской дифрактометрии на установке «Аномальное рассеивание» на канале №2 ВЭПП-3. Далее динамика релаксации остаточных была напряжений при нагреве измерена с помощью установки "Дифракционное кино" на канале №5b ВЭПП-3.

Метод измерения остаточных напряжений

Метод рентгеновской дифрактометрии основан на способности рентгеновского излучения отражаться от плоскостей, образованных атомами кристаллической решетке материала. Дифракция отраженных в рентгеновских лучей происходит с явно выраженными максимумами интенсивности – дифракционными пиками [4]. Каждый из дифракционных определенным межплоскостным пиков связан с расстоянием И интенсивностью, а его положение определяется 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. Если при упругой деформации межплоскостное расстояние изменяется с d_0 на $d_0 + \delta d$, то угол рассеяния определяется как:

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

Пластическая деформация не влияет на межплоскостное расстояние, поэтому необходимо исследовать только упругую часть деформации. Изменение расстояния между плоскостями с нормалью *n_i* после деформации определяется как

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

где *є_і* – тензор деформаций [5]. В данном случае (Рис. 1)



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 рентгеновским излучением. Таким образом, из условия Вульфа-Брэгга выводится зависимость угла рассеяния от наклона и поворота образца (углы ψ и φ) [2]:

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

Зная углы θ , ψ и φ подбором компонент этого тензора и коэффициента $\frac{2d_0}{n\lambda}$ можно вывести значения компонент тензора деформаций. При использовании зависимости в первоначальном виде (7) существует неоднозначность. Для устранения этой неоднозначности используется закон Гука. Из-за бессиловых граничных условий ($\sigma_{zz}|_{\Gamma} = 0$) и измерения деформации вблизи поверхности $\sigma_{zz} = 0$ [5, 6]. Отсюда следует связь компонент тензора деформаций:

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

где *σ* – коэффициент Пуассона. Из закона Гука выводятся 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 *E* – модуль Юнга. Из симметрии задачи следует, что $\varepsilon_{xy} = 0$, а значит и $\sigma_{xy} = 0$.

Устройство установки ВЕТА

Экспериментальный стенд ВЕТА (Beam of Electron for material Test Applications) комплекса ГОЛ-3 – это длинноимпульсный электронный пучок [7]. Этот пучок может оказывать мощные импульсные тепловые нагрузки на мишени. Поэтому с помощью установки ВЕТА можно моделировать в том числе выбросы горячей плазмы на стенку дивертора при возникновении неустойчивостей краевой плазмы (появление ЭЛМов в ИТЕР) [8].



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.

Максимальная мощность генератора пучка – 5 МВт, максимальная длительность импульса – 0.2 мс, максимальная тепловая нагрузка – 3 МДж/м². Максимальная величина магнитного поля – 0.22 Т.

Параметры синхротрона и рабочих станций

Накопитель ВЭПП-3 обладает энергией электронов около 2 ГэВ со средним током ~100 мА [9]. В качестве источника синхротронного излучения служит вигтлер с полем 2 Тл. Вертикальная расходимость пучка составляет ~0.25 мрад (для длины волны ~1.5–2 Å). Спектральный поток электронов составляет ~3.10⁹ фотонов.

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 [10]. Установка включает в себя коллимационную систему, монохроматор, дифрактометр и систему автоматизации эксперимента.

Общая схема станции "Аномальное Рассеяние" представлена на Рис. 3. Из-за линейной поляризации СИ в горизонтальной плоскости орбиты электронов выбрана вертикальная плоскость. Апертура входного пучка СИ образуется коллиматорными щелями из тантала шириной 0.1÷2.5 мм (горизонтальная) и 5 мм (вертикальная), расположенными в ~10 м от точки Совершенный плоский кристалл Si (111) играет роль излучения. монохроматора. Длина волны монохроматизированного излучения составляет ~ $0.5 \div 4$ Å, степень монохроматичности излучения – ~ $(1-3) \cdot 10^{-4}$. За монохроматором установлена фоновая щель и ловушка для части первичного Часть пучка, прошедшей через кристалл. излучения, прошедшего коллимационную систему, используется для мониторинга интенсивности. Это излучение рассеивается на тонком алюминиевом рассеивателе, после чего попадает на сцинтилляционный детектор, работающий в режиме счета импульсов. В зависимости от величины тока в накопителе значение интенсивности в мониторе изменяется в диапазоне (3–8) $\cdot 10^4$ фотон/сек. Монитор интенсивности также используется для настройки монохроматора на определенную длину волны излучения с ошибкой $\leq (1-5) \cdot 10^{-4}$ Å.



Рисунок 3. Общая схема экспериментальной станции на канале №2 вывода СИ накопителя электронов ВЭПП-3

прецизионных гониометра Microcontrol Два составляют основу дифрактометра, с их помощью осуществляется независимое движение образца и детектора с минимальным шагом по углу 0.001°. Роль анализатора спектра дифрагированного излучения играет плоский совершенный кристалл Ge (111), который работает на погашение высших гармоник, тем самым нивелируя чувствительность дифрактометра к смещению образца. Столик образца оснащен подвижкой, с помощью которой можно изменять положение образца вдоль двух направлений в плоскости гониометра с диапазоном 20 мм и шагом 0.1 мм. Детектор, схожий с тем, что используется мониторинга входного сигнала, регистрирует дифрагированное для излучение. Персональный компьютер управляет системой автоматизации – контролирует состояние станции и собирает экспериментальные данные.

Станция «Дифракционное кино»

"Дифракционное кино" канале №5b ВЭПП-3М Станшия на В Сибирском Центре Синхротронного Излучения (Институт Ядерной Физики СО РАН) была создана для исследования фазовых превращений в процессе химических реакций с высоким временным разрешением и съемки слаборассеивающих объектов [11]. Установка себя включает В монохроматор, зеркало для вертикального сужения пучка, печь с модулем контроля температуры "Термодат" и однокоординатный детектор ОД-3 [12].

Общая схема станции изображена на Рис. 4. «Белый» пучок попадает из вигтлера через вакуумную камеру на монохроматор. С помощью идеального асимметрично вырезанного кристалла Si(111) образуется узкий пучок монохроматического рентгеновского излучения с длиной волны ~1.5 Å и степенью монохроматичности ~10⁻³-10⁻⁴. Для вертикального сужения пучка используется вогнутое полированное покрытое золотом стеклянное зеркало длиной 150 мм. По сравнению с использованием обычной щели сужение зеркалом позволяет увеличить пространственное разрешение (до 200 мм) почти без потери интенсивности. Кроме того, зеркало отсекает высокие гармоники монохроматического излучения.



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

Точечный сцинтилляционный детектор (например, использующийся на станции "Аномальное рассеяние") позволяет получить точное угловое такого разрешение. Однако использование детектора подразумевает большую длительность съемки каждого кадра, что не дает использовать этот метод в экспериментах в реальном времени. Благодаря съемке поперечных сечений конусов дифракции и сбору данных в широком угловом диапазоне, использование однокоординатного детектора позволяет значительно Станция уменьшить время съемки. оснащена однокоординатным безпараллаксным детектором ОД-3 с фиксированным положением по углу регистрации. Детектор имеет 3328 каналов, фокусное расстояние 350 мм, угол регистрации ~30 градусов, минимальное время кадра – 1 мкс. Нагрев образца производится излучением помощью печи оригинальной С конструкции. Термический контроль осуществляется модулем "Термодат". Температура образца измеряется с помощью термопары.

Подготовка образцов

В качестве объекта исследования были выбраны вольфрамовые пластины с габаритами 25 х 25 х 4 мм. Пластины облучались электронным пучком с гауссовым профилем мощности нагрева. Образец №43 облучался семью импульсами. Средний ток пучка составил 14.8 А, средняя длительность импульса – 277 мкс. Диаметр облученного пятна составил ~18 мм, поверхностная плотность мощности в центре пятна при самом мощном импульсе – 1.5 кВт/мм², максимальная температура поверхности образца – 1885 К. Образец №56 облучался тридцатью импульса – 574 мкс. Диаметр облученного пятна составил ~16.4 мм, поверхностная плотность мощности в центре пятна при самом мощном импульса – 574 мкс. Диаметр облученного пятна составил ~16.4 мм, поверхностная плотность мощности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности в центре пятна при самом мощном импульсе – 0.9 кВт/мм², максимальная температура поверхности образца –

Измерение постоянных напряжений и деформаций

В ходе первого эксперимента были изучены вольфрамовые мишени №43 и №56. Зависимости интенсивности рассеянного СИ от угла рассеяния 20 были измерены методом дифрактометрии на кристаллической плоскости (222). Соответствующий этой плоскости пик (~122°) был выбран из-за большего изменения угла рассеяния при появлении напряжений на больших углах. Для обоих образцов были получены дифрактограммы для различных углов наклона образца *ψ*. Угол с пиковой интенсивностью рассеянного излучения находился аппроксимацией дифрактограмм методом наименьших квадратов суммой Лоренцевского и Гауссова профилей для каждого угла ψ . Данные измерения производились на образце №56 с шагом в 2 мм вдоль ($\varphi =$ 0°) и поперек ($\phi = 90^{\circ}$) направления прокатки материала. Это было сделано для сравнения пространственных профилей нагрузки электронного пучка и остаточных напряжений. После подстановки дифракционных пиков в формулу зависимости угла рассеяния от углов наклона и поворота образца (7) компоненты тензоров деформаций были вычислены методом наименьших квадратов. Далее по закону Гука вычислялись компоненты тензора напряжений.

В случае измерений с пространственным разрешением отсутствовала возможность провести измерение при различных углах поворота образца φ в одной и той же точке поверхности образца. Поэтому в данном случае использовалось предположение об осевой симметрии деформаций. Из симметрии поворота, сдвига и тонкости слоя следует, что

$$\sigma_{zz} = \sigma_{zx} = \sigma_{zy} = \sigma_{xy} = 0, \tag{10}$$

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy}.\tag{11}$$

Отсюда следует, что тензор деформаций имеет только диагональные компоненты, причем

$$\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy}.\tag{12}$$

В таком случае выражение (8) будет иметь вид

$$\varepsilon_{zz} = \varepsilon_{xx} \frac{-2\sigma}{1 - \sigma'} \tag{13}$$

а из закона Гука следует, что

$$\sigma_{xx} = \varepsilon_{xx} \frac{E}{1 - \sigma}.$$
(14)

Компоненты			Компоненты		
тензоров	Nº43	N⁰56	тензоров	Nº43	№ 56
деформаций			напряжений		
$\epsilon_{xx}, 10^{-3}$	1.31	1.32	σ _{xx} , МПа	631	663
ε _{yy} , 10 ⁻³	1.19	1.45	σ _{уу} , МПа	600	699
$\varepsilon_{xz}, 10^{-3}$	0.03	-0.05	σ _{xz} , MΠa	7	-13
ε _{yz} , 10 ⁻³	0.04	-0.1	σ _{yz} , ΜΠa	12	-26
ε _{zz} , 10 ⁻³	-1.02	-1.13	-	-	-

Таблица. Компоненты тензоров деформаций и напряжений в центрах образцов, полученные по дифракции на плоскости (222)

Как видно по данным в таблице, в обоих образцах диагональные компоненты, как тензора деформаций, так и тензора напряжений, превышают недиагональные компоненты на 1-2 порядка. Механические напряжения вдоль и поперек направления прокатки материала отличаются незначительно и не превышают предел прочности вольфрама (1400 МПа), что подтверждается отсутствием разрушения материала (на поверхности нет трещин).

На Рис. 5 представлены пространственные профили напряжений при измерении вдоль и поперек направлений прокатки. В пределах 7 мм от центра образца напряжения находятся уровне около 650 МПа, а на краях резко падают. Напротив, профиль нагрузки (Рис. 6) имеет более острый пик в центре. Таким образом, пространственные профили нагрузки и остаточных напряжений совпадают только при нагреве до 1300 К.



Рисунок 5. Пространственный профиль напряжений в образце №56

Рисунок 6. Пространственные профили нагрузки (T, meas) и напряжений (stress) в образце №56

Измерение динамических эффектов

В ходе второго эксперимента были изучены необлученная мишень и облученная мишень №43 (было необходимо оставить мишень №56 в ненагретом виде). В этот раз угол наклона образца был постоянным (~45°), а температура изменялась таким образом, чтобы можно было изучить дифракционного пика изменение положения при повышающейся, понижающейся И постоянной температуре (Рис. 7). С помощью было изменение дифрактометрии измерено положения максимумов дифракции на кристаллической плоскости (110) (наиболее интенсивный пик) во времени, термопарой измерялась временная зависимость температуры образца. Совмещением этих зависимостей по времени была получена зависимость положения дифракционного пика от температуры (Рис. 8).



Рисунок 7. Временная зависимость температуры образца №43

В случае необлученного образца имел место эффект теплового расширения. В случае облученного образца помимо теплового расширения происходила релаксации. Чтобы анализировать отдельно эффект релаксации, эффект теплового расширения необлученного образца был представлен в виде линейной функции, которая была вычтена из данных по облученному образцу. При начальном увеличении температуры до максимальной угол рассеяния уменьшается, что говорит о релаксации остаточных напряжений, а при дальнейших изменениях температуры угол остается на фиксированном уровне, что соответствует тепловому расширению и сжатию. Далее из измерений остаточных напряжений в образце №43 в статическом режиме с учетом осевой симметрии (10-12, 14) было оценено изменение напряжений по изменению угла рассеяния:

$$\frac{1}{\sin\theta} = \frac{2d_0}{n\lambda} \left(1 + \varepsilon_{xx} \left(1 - \frac{1+\sigma}{1-\sigma} (\cos(\psi-\theta))^2 \right) \right),\tag{15}$$

$$\frac{d\varepsilon_{xx}}{d\theta}(\theta = 40.36^{\circ}) = 6.396 \frac{10^{-3}}{\text{град}},$$
 (16)

$$\frac{d\sigma_{xx}}{d\theta} = \frac{d\varepsilon_{xx}}{d\theta} \frac{E}{1-\sigma} = 3153 \frac{\text{M}\Pi a}{\text{град}}.$$
(17)

Эта оценка была использована для перевода данных о релаксации наяпряжений из углов в напряжение (Рис. 9). Изменение напряжения составило ~75 МПа.



Рисунок 8. Зависимость положения дифракционного пика от температуры в образце №43



Рисунок 9. Изменение остаточных напряжений при нагреве образца №43

Заключение

В ходе проведения работы были измерены зависимости углов рассеяния дифракционных пиков от ориентации вольфрамовых образцов на станции рассеяния СИ «Аномальное рассеивание» на канале №2 ВЭПП-3. По зависимостям были вычислены компоненты тензоров деформаций и тензоров проведено измерение остаточных напряжений. Было напряжений С пространственным разрешением. Из сравнения профилей нагрузки и напряжений видно, что при увеличении температуры поверхности выше 1300 K рост остаточных напряжений резко замедляется. Образцы использовались в измерении релаксации напряжений по изменению положения дифракционного пика при нагреве. Измеренная динамика релаксации качественно совпадает с ожидаемыми результатами. Была измерена зависимость положения дифракционного пика от температуры, далее было получено изменение остаточных напряжений после нагрева. Положительные результаты говорят о возможности применения данной методики в дальнейших исследованиях.

Список литературы

[1] Ikeda K. Progress in the ITER Physics Basis // Nucl. Fusion. – 2007. –47 (6).

[2] 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.

[3] Makhlaj V.A., Garkusha I.E., Malykhin S.V. et al. Residual stresses in tungsten underexposures with ITER ELM-like plasma loads // Phys. Scr. – 2009. – 138, 014060.

[4] Warren B.E. X-Ray Diffraction. – N.Y.: Dover publications, 1990.

[5] Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М., Теория упругости. — Издание 5-е,
 стереотипное. — М.: Физматлит, 2003. — 259 с. — (Теоретическая физика, т. VII).

[6] Swanson H.E., Tatge E. Standard X-ray Diffraction Patterns // Natl.Bur. Stand. (U.S.) Circ. – 1953. – 359. – P. 1.

[7] 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).

[8] Burdakov A. Status and Prospects of GOL-3 Multiple Mirror Trap. // Fusion Science and Technology, 2009, Vol.55, No.2T, p. 63-70.

[9] Шмаков А. Н. Прецизионная дифрактометрия поликристаллов на синхронном излучении: Автореферат диссертации канд. физ.-мат. наук. – Новосибирск: ИК СО РАН, 1996. – 12 с.

[10] 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.

[11] Паспорт эксперимента «Дифракционное кино» на станции СИ ВЭПП-3 // ЦКП "Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения".

[12] 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.