

11:12

## **Анализы с помощью сканирующего туннельного микроскопа поверхностной структуры графита, подвергнутого импульсному облучению осколками деления**

© М.А. Козодаев, О.Н. Макеев, В.Ф. Хохряков, Л.А. Осадчук,  
Б.Г. Леваков, А.Г. Залужный, В.П. Бабаев, А.Л. Суворов

ГНЦ РФ Институт теоретической и экспериментальной физики, Москва  
РФЯЦ Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики, Снежинск  
Московский инженерно-физический институт (технический университет)

Поступило в Редакцию 30 декабря 1999 г.

Разработана методика облучения конструкционных материалов осколками деления в растворных импульсных ядерных реакторах. С помощью метода сканирующей электронной микроскопии проведены исследования структуры поверхности высокоориентированного пиролитического графита, подвергнутого импульсному облучению осколками деления. Флюенсы облучения варьировались в пределах от  $10^{11}$  до  $5 \cdot 10^{12}$  fragments/cm<sup>2</sup>. Определен спектр поверхностных дефектов, шероховатость формируемой поверхности облучения.

*1. Введение.* Исследования влияния нейтронного облучения на материалы, связанные с разработкой и созданием современных ядерно-физических установок (реакторов на быстрых нейтронах, термоядерных реакторов), требуют разработки новых, более экономичных методов моделирования воздействия на материалы высоких потоков нейтронов

( $10^{22} \div 10^{24}$  neutron/cm<sup>2</sup>), так как непосредственное облучение материалов в реакторе такими флюенсами — очень длительный и дорогой процесс. В настоящее время имитация воздействия таких потоков осуществляется, как правило, облучением заряженными частицами с использованием различных типов ускорителей.

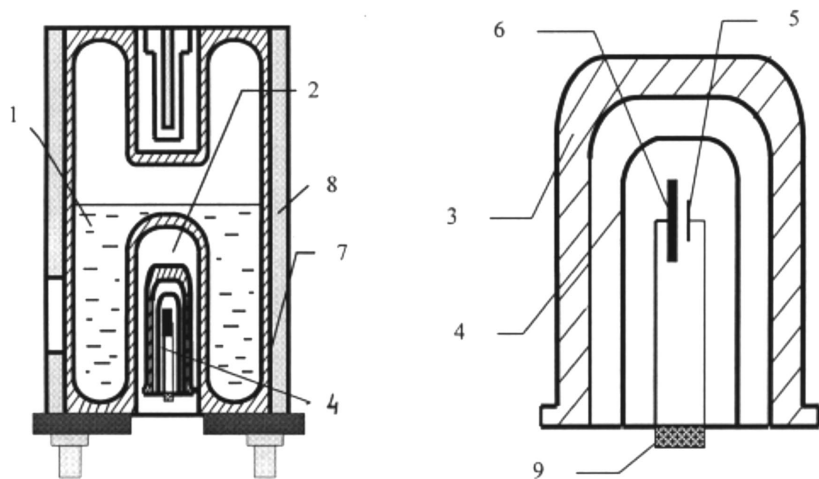
В настоящей работе разработана достаточно простая и относительно недорогая методика облучения конструкционных материалов осколками деления. Данный метод имеет ряд недостатков (облучение приповерхностных слоев и др.), но основным его достоинством является возможность быстрого набора больших значений количества смещений на атом (СНА). Несомненно, что исследование влияния облучения осколками деления на состояние поверхности и свойства материалов представляют большой научный интерес.

В настоящей работе сообщаются первые результаты проводимых авторами исследований влияния облучения осколками деления ядер на структуру поверхности углеродных материалов методом сканирующей туннельной микроскопии. Философия и методика таких исследований подробно изложены в работах [1–3].

## *2. Экспериментальная часть.*

*2.1. Облучение образцов.* Для облучения образцов был разработан и создан на базе растворного импульсного реактора РФЯЦ ВНИИТФ [4] источник осколков деления. Его принципиальная схема приведена на рис. 1. Конвертор нейтронов в осколки деления (КНОД) является устройством, в котором при воздействии потока тепловых нейтронов на активный материал происходят акты деления ( $n, f$ ), в результате чего на каждый акт образуются, как правило, два осколка с энергией 99.8 и 68.4 MeV, массой 96.08 и 139.92 a.m. и наиболее вероятным зарядом  $Z_p = 40$  и  $Z_p = 56$  для легкого и тяжелого осколков соответственно. КНОД должен обладать высокой термической, механической, радиационной стойкостью, особенно в импульсном режиме работы. Различные способы изготовления КНОД описаны в [5]. В качестве материала активного слоя применяли уран, обогащенный изотопом <sup>235</sup>U на 90%.

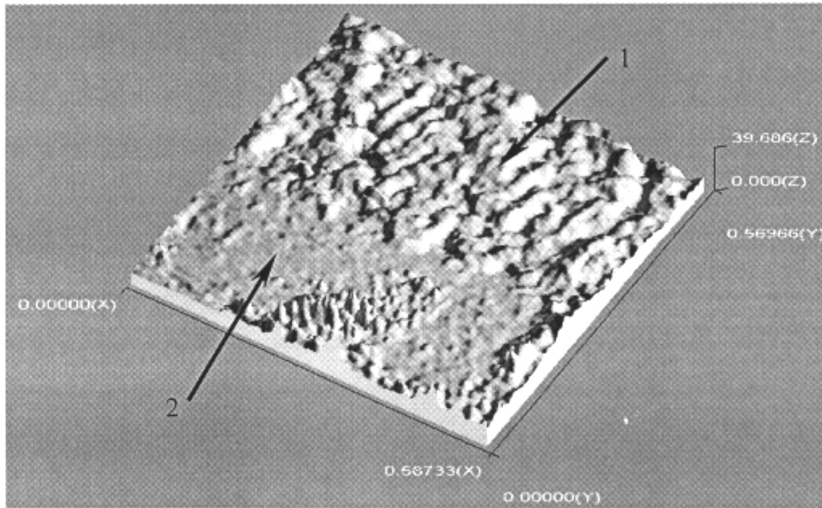
В процессе облучения образцов измерялись флюенсы осколков, количество ядер распыленного урана, температура мишени и образцов. Для измерения флюенса осколков и количества ядер распыленного урана устанавливали алюминиевую фольгу, а сами измерения проводили методом гамма-спектроскопии. Температура мишени и образцов измерялась при помощи хромель-копелевой термопары.



**Рис. 1.** Принципиальная схема источника осколков деления ИОД-1: 1 — активная зона; 2 — экспериментальный канал; 3 — конвертор быстрых нейтронов в тепловые; 4 — экспериментальная ампула; 5 — исследуемый образец; 6 — конвертор нейтронов в осколки деления; 7 — корпус реактора; 8 — биологическая защита; 9 — электрический разъем для вывода сигналов датчиков сопровождения.

В импульсном режиме облучения при энерговыделении в активной зоне реактора 57 МДж и длительности импульса 2.4 мс флюенс осколков на поверхности образца достигал  $\sim 10^{12}$  fragments/cm<sup>2</sup>, тогда как интенсивность потока осколков составляла  $\sim 4 \cdot 10^{14}$  fragments/cm<sup>2</sup> · s. Температура поверхности КНОД во время облучения составляла  $\geq 250^\circ\text{C}$ .

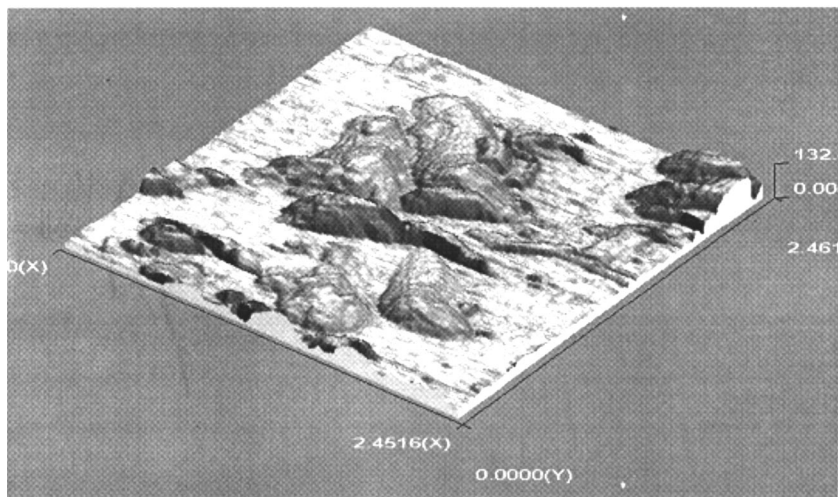
2.2. *Исследование поверхности образцов с помощью сканирующей туннельной микроскопии.* Эталонный и облученные образцы исследовались с помощью работающего на воздухе сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) оригинальной конструкции. Каждый образец был исследован в 25 точках. Необходимо отметить, что в связи с радиационной активностью образцов исследование было осложнено. Активность образцов составляла  $\sim 850 \mu\text{R/h}$  на расстоянии в 1 см от поверхности образца. Этим объяснялись и особые режимы



**Рис. 2.** Типичное СТМ-изображение поверхности ВОПГ, облученного осколками деления. Стрелкой 1 указана область, подвергнутая существенной деградации; стрелкой 2 — область, на которую осколки деления не попали (демонстрация неравномерности облучения). Размер скана  $0.59 \times 0.57 \mu\text{m}$ , размах высот 40 nm.

сканирования, которые выбирались для минимизации влияния радиации на иглу сканера.

*3. Экспериментальные результаты и их обсуждение.* В результате анализа полученных изображений поверхности графита был сделан вывод о том, что облучение образцов осколками деления до флюенса  $5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  и выше не позволяет наблюдать результаты единичных воздействий осколков на поверхность образца из-за их перекрытия. Это следует также из проведенных оценок: указанные флюенсы соответствуют попаданию в среднем одного осколка деления на площадь  $\sim 15 \times 15 \text{ nm}$  и менее. Наблюдаемый результат воздействия на поверхность графита осколков деления при флюенсе  $5 \cdot 10^{11} \text{ fragments/cm}^2$  — относительно равномерная "изрытость" рельефа с отдельными участками, на которых видны единичные "бугры" (рис. 2, 3).



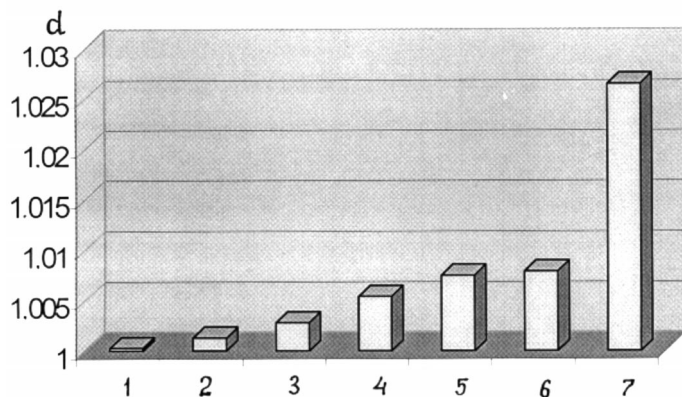
**Рис. 3.** СТМ-изображение поверхности ВОПГ, облученного осколками деления. Образование отдельных "бугров" связано, по-видимому, с перекрытием дефектных областей от попадания нескольких осколков деления. Размер скана  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}$ , размах высот 132 nm.

Как уже указывалось выше, для каждого образца было получено несколько десятков изображений. Для количественной оценки степени шероховатости (развитости) поверхности по каждому изображению были рассчитаны фрактальные размерности [6]. Ранее [7,8] авторами настоящей работы были проведены подобные СТМ-исследования влияния ионного облучения (облучение протонами разных энергий и под разными углами, облучение тяжелыми высокоэнергетичными ионами, а также ионами лазерной плазмы) на рельеф поверхности ВОПГ. В [9] предложен механизм возможного образования "термических" треков в объеме и периодического рельефа на поверхности ВОПГ под действием тяжелых высокоэнергетических частиц. Результаты воздействия различных типов облучений на рельеф поверхности путем сопоставления величин фрактальных размерностей представлены в таблице (где  $D_1$  — фрактальная размерность, рассчитанная по профилю,  $D_2$  — фрактальная размерность, рассчитанная по поверхности). Данные, приведенные в

Образец	$D_1$	$D_2$
Эталонный образец (без облучения)	$1.0003 \pm 0.0001$	$2.0003 \pm 0.0001$
Образец, облученный протонами с энергией 3.0 MeV нормально к поверхности	$1.0013 \pm 0.0001$	$2.0012 \pm 0.0001$
Образец, облученный протонами с энергией 90.0 keV под углом 45° к поверхности	$1.0038 \pm 0.0010$	$1.0023 \pm 0.0009$
Образец, облученный протонами с энергией 90.0 keV нормально к поверхности	$1.0265 \pm 0.0149$	$2.0176 \pm 0.0009$
Образец, облученный ионами цезия с энергией 25 keV	$1.0071 \pm 0.0019$	$2.0059 \pm 0.0017$
Образец, облученный лазерной плазмой SiO <sub>2</sub>	$1.0079 \pm 0.0010$	$2.0072 \pm 0.0009$
Образец, облученный осколками деления	$1.0054 \pm 0.0012$	$2.0058 \pm 0.0014$

таблице, показывают, что значения величин фрактальной размерности лежат в широких интервалах даже для одного образца. Большой разброс можно объяснить тем, что сканы снимались на разных участках поверхности образца, захватывая различные структурные ячейки (зерна) с возможной различной ориентацией, а также возможной нервномерностью облучения. Графические результаты таблицы наглядно иллюстрирует рис. 4.

Следует подчеркнуть, что приведенные выше данные носят весьма относительный характер, т.е. они недостаточны для оценки того, какие параметры, допустим, протонного облучения, должны быть выбраны при необходимости получения развитой поверхности того или иного конкретного материала. В этом плане настоящая работа является чисто методической и требует продолжения. В первую очередь авторы предполагают снизить флюенсы облучения с тем, чтобы проанализировать с помощью сканирующей туннельной микроскопии результаты единичных



**Рис. 4.** Графическая иллюстрация степени развитости поверхности образцов ВОПГ, подвергнутых различным радиационным воздействиям:  $d$  — профильная фрактальная размерность; 1 — эталонный образец; 2 — 3 MeV перпендикулярно, 3 — 90 keV под углом  $45^\circ$ ; 4 — осколки деления; 5 — ионы цезия; 6 — лазерная плазма; 7 — 90 keV перпендикулярно.

взаимодействий осколков деления с поверхностью. Другой, уже реализуемый шаг, — проведение автоионномикроскопических исследований результатов взаимодействия единичных осколков деления как с углеродными материалами, так и с тугоплавкими металлами и их сплавами.

## Список литературы

- [1] Magonov S.N., Whangbo M.-H. Surface Analysis with STM and AFM. Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis. West Sussex, WILEY-VCH, 1995.
- [2] Суворов А.Л. Автоионная микроскопия радиационных дефектов в металлах. М.: Энергоиздат, 1982.
- [3] Суворов А.Л., Чеблукнов Ю.Н., Лазарев Н.Е., Бобков А.Ф., Попов М.О., Бабаев В.П. Изучение поверхностных и объемных дефектов в углероде и кремнии методами автоионной и сканирующей туннельной микроскопии. Препринт ИТЭФ № 24. М., 1998.
- [4] Дьянков В.С., Королев В.П., Кормилитцин А.И. и др. // Физика металлов и металловедение. 1996. Т. 81. Ч. 2. С. 245.

- [5] Казарян В.Т., Литвиненко Б.А., Рогинетс Л.П., Савушкин И.А. Физические основы использования кинетической энергии осколков деления в радиационной химии. Минск: Наука и техника, 1972.
- [6] Talibuddin A., Runt J.P. // J. Appl. Phys. 1994. V. 76. N 9. P. 5070.
- [7] Козодаев М.А., Логинов Б.А., Суворов А.Л., Козодаев А.М. // Современные проблемы ядерной физики, физики и химии конденсированных сред. (Труды Первой Московской международной школы физики ИТЭФ). М.: Усп. физ. наук, 1998. С. 241.
- [8] Suvorov A.L., Didek A.Yu., Cheblukov Yu.N., Babaev V.P., Fedotov A.S., Popov M.O., Trushin Yu.V., Suris R.A., Kharlamov V.S., Kulikov D.V. // Proc. 43rd Int. Field Emission Symposium, Moscow, 14–19.07.1999. P-90.
- [9] Куликов Д.В., Суворов А.Л., Сурис Р.А., Трушин Ю.В., Харламов В.С. // Письма в ЖТФ. 1997. Т. 23. В. 13. С. 27–32.