

文章编号: 1007-4627(2015)S1-0015-05

# 基于 4 MV 静电加速器的高温辐照装置研制及离子辐照初步实验

雷前涛<sup>1,2</sup>, 包良满<sup>1,2</sup>, 李健健<sup>1,2</sup>, 刘哲<sup>1,2</sup>, 高杰<sup>1,2</sup>, 曹建清<sup>1,2</sup>, 邓琦<sup>1,2</sup>, 王永其<sup>1,2</sup>,  
李晓林<sup>1,2</sup>, 叶伯年<sup>1,2</sup>, 朱德彰<sup>1,2</sup>, 毛羽<sup>1,2</sup>, 闫隆<sup>1,2</sup>, 周兴泰<sup>1,2</sup>

(1. 中国科学院核辐射与核技术重点实验室, 上海 201800;

2. 中国科学院上海应用物理研究所, 上海 201800)

**摘要:** 为了模拟钚基熔盐堆 (TMSR) 材料的中子辐照损伤, 基于中国科学院上海应用物理研究所 (SINAP) 的 4 MV 静电加速器, 研制了一台专用的离子束辐照装置。装置主要由束流传输线 and 高温、高真空靶室组成。束流传输线装有用于束流磁场扫描和束流监测的设备。装置可提供  $H^+$ ,  $He^+$ ,  $Ar^+$  等束流用于离子束辐照, 束流最高能量 4 MeV, 最大流强  $2 \mu A$ 。辐照温度范围为液氮温度至  $950^\circ C$ 。辐照面积最大为  $30 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。装在靶室的由旋转铝片构成的变能器对束流能量进行调制, 可以在样品中得到均匀的辐照损伤。初步的实验结果表明, 装置适用于高温合金及其他熔盐堆材料的辐照损伤研究。

**关键词:** 离子束辐照装置; 静电加速器; 高温

**中图分类号:** O571      **文献标志码:** A      **DOI:** 10.11804/NuclPhysRev.32.S1.15

## 1 引言

作为第四代核反应堆的钚基熔盐堆 (TMSR), 核材料的中子辐照损伤问题突出。如果利用反应堆开展辐照试验, 由于中子辐照损伤率低, 为了达到足够的剂量, 需要数年甚至更长的时间, 因此, 短期内很难得到试验结果; 而且试验费用昂贵, 这对新材料和新工艺的开发、验证造成了困难。而离子辐照损伤率高, 能在短时间内达到所需剂量, 并且不易产生感生放射性, 有利于辐照后测试, 因此, 采用离子辐照来模拟反应堆材料的中子辐照损伤<sup>[1-2]</sup>是一个较好的办法。为了研究堆材料在熔盐堆高温环境中所面临的中子辐照损伤问题, 基于中国科学院上海应用物理研究所的 4 MV 静电加速器, 研制了一台高温辐照装置, 以期利用离子辐照模拟反应堆材料的中子辐照损伤, 为开展堆材料的辐照损伤研究提供技术支持。

## 2 装置简介

高温辐照装置的设计, 主要参考了美国材料与试验学会 (ASTM) 标准 ASTM E521-96(2009)<sup>[1]</sup>; 针对如何使用带电粒子模拟中子辐照, ASTM 标准对离子辐照

中束流条件、辐照条件等提出了规范性的指导意见。新装置连接在 4 MV 静电加速器分析磁铁  $-20^\circ$  处, 由辐照束线和靶室构成。

### 2.1 辐照束线

离子束由 4 MV 加速器引出后, 经四极磁透镜聚焦后进入分析磁铁作  $-20^\circ$  水平偏转, 再依次通过狭缝、四极磁透镜、两个导向器, 最后进入辐照靶室。辐照束线组成如图 1 所示。主要部分如下:

#### (1) 真空机组

真空系统有 3 个部分: 加速器、束流管道和辐照靶室。加速器真空由一套  $1500 \text{ L/s}$ 、一套  $700 \text{ L/s}$  分子泵机组获得。束流管道上配  $700 \text{ L/s}$  分子泵机组, 靶室配  $700 \text{ L/s}$  分子泵机组和  $300 \text{ L/s}$  的离子泵。分子泵的前级泵为无油机械泵, 防止油进入真空系统。在束流管道中安置高真空测量规管, 用于真空的测量。真空测量规和加速器连锁, 当系统渗漏大气时, 自动切断气动快速阀门, 从而避免加速器受损。

#### (2) 四极透镜

四极透镜的有效长度  $204 \text{ mm}$ , 孔径  $52 \text{ mm}$ , 磁场梯度  $17.1 \text{ T/m}$ ; 第一组四极透镜对加速器提供的束流进行整形, 并在束流剖面仪处形成束腰, 有利于形成稳

收稿日期: 2014-10-22; 修改日期: 2015-05-18

基金项目: 中国科学院先导科技专项资助项目 (XDA02000000); 上海市自然科学基金资助项目 (14ZR1448300)

作者简介: 雷前涛 (1988-), 男, 河南信阳人, 助理研究员, 硕士, 从事核技术及应用研究; E-mail: leiqiantao@sinap.ac.cn

通信作者: 包良满, E-mail: baoliangman@sinap.ac.cn.

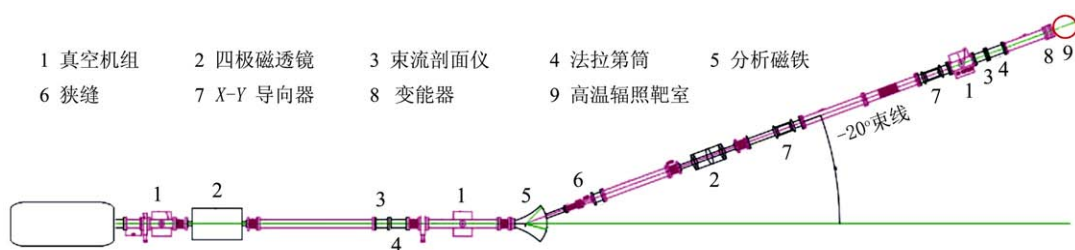


图 1 (在线彩图) 辐照束线示意图

定的束流。离子从分析磁铁出口引出，为了减少离子在行进中的损失，设置第二组四极磁铁调节束流截面形状和尺寸。

### (3) X-Y 导向器

导向器有效尺寸 290 mm (物理尺寸 44 cm)，最大磁场强度 380 T。X-Y 导向器可以对束流的中心位置进行微调，用来控制 X, Y 方向的偏转，使调束工作易于完成。两个导向器分别用于水平和垂直方向。靠近靶室的导向器兼做扫描磁铁，束斑扫描面积达 30 mm×30 mm，束斑注量分布非均匀性好于±10%。扫描磁场频率可调，最大达到 260 Hz，电流波形为三角波。

### (4) 可调狭缝

狭缝构成了束流光学的物缝和限流缝，发挥了束流整形的作用。

### (5) 束流剖面仪和法拉第筒

束流剖面仪用于测量束流在传输过程中的束流形状和位置，从而用来控制束流的均匀度、发散角等参数。法拉第筒用来测量入射在样品上的束流强度。测量时，入射离子被法拉第筒内的吸收体完全阻止，并输出电流信号，根据辐照时间计算得到辐照剂量。

### (6) 变能器

在变能器上由马达驱动旋转的转盘上设置多个孔，用不同厚度的材料 (目前采用铝膜) 覆盖各孔。通过改变膜的厚度可以使离子束的能量作相应的衰减，从而得到具有一定能量分布的离子束，从而在样品中产生一个均匀辐照损伤的区域。

## 2.2 辐照靶室

靶室主要有 4 部分：辐照腔体、高温样品台、法拉第筒和辅助测量系统。设计示意图如图 2 所示。变温样品台采用了差分抽旋转台、降温台和加热台分离，旋转角度精度高，且运行稳定。设计如图 3 所示，主要由低温、高温样品架以及加热和冷却部分组成。采用 SiC 加热，通入液氮可进行低温辐照。温度测量采用热电偶和红外测温相结合的方式，从而避免这两种测温方式各自的缺陷。旋转精度优于 0.1°，平动精度 0.01 mm。

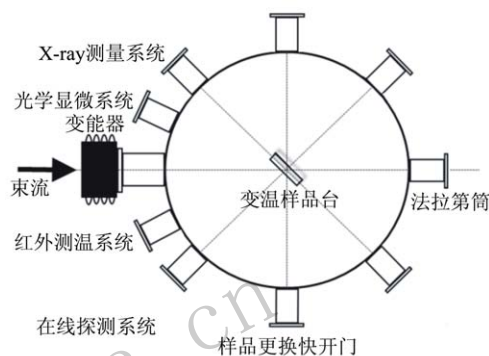


图 2 (在线彩图) 辐照靶室设计示意图

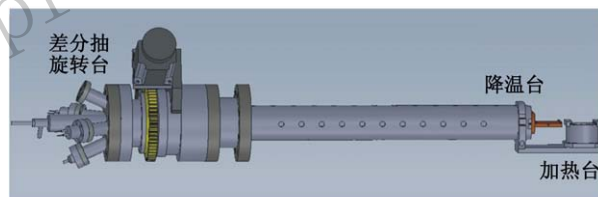


图 3 (在线彩图) 差分抽旋转样品台

靶室内备有两个 Au(Si) 面垒探测器接口，可用于束流辅助测量或 ERD/RBS 分析。靶室留有 SDD 探测器接口，需要时安装上探测器，可进行 PIXE 分析。靶室上装有红外窗口，可通过红外测温仪测量辐照温度。通过靶室上的玻璃观察窗，使用高放大倍数的显微镜，可观察辐照时形貌变化。靶室配有机械手和快开门，样品插排直线驱动机构可存放 15 个样品。辐照束线和靶室实物装置照片如图 4 所示。

## 3 装置调试

辐照装置准直安装后进行了调试，调试内容有：束流及扫描、加热与冷却、真空度等，调试成功后开展了哈氏合金、核石墨、SiC 等材料的辐照实验。

### 3.1 束流及扫描

束流调试利用了 2~3 MeV 的质子及氦离子。将束流积分仪与靶室后端的法拉第筒相连，测得靶室内两种离子的最大流强为 2 μA。利用束流定点轰击石英

玻璃, 调节导向器和四极透镜电源, 根据石英玻璃所发荧光斑, 确定束斑大小。调节扫描电源电流大小, 对石英玻璃进行扫描, 用 CCD 获取石英玻璃所发荧光图像, 利用标尺计算得到扫描范围。测得两种离子的原始

束斑直径为  $\Phi 2 \sim 20$  mm, 大小可调; 最大扫描范围  $30$  mm $\times$  $30$  mm, 最高扫描频率为  $260$  Hz。调试典型值为: 能量  $2$  MeV、流强  $100$  nA 的  $\text{He}^+$  束, 原始束斑直径  $2$  mm; 扫描范围  $30$  mm $\times$  $30$  mm, 如图 5 所示。

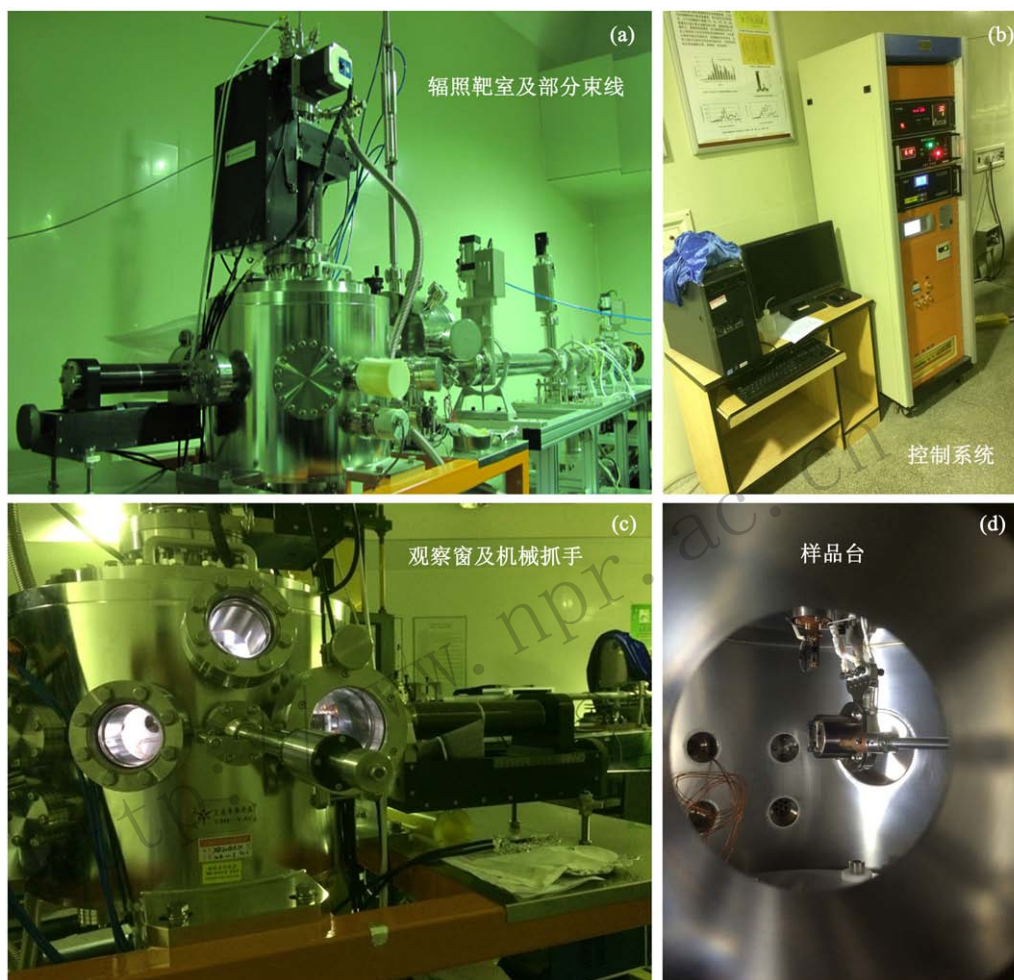


图 4 (在线彩图) 辐照束线及装置

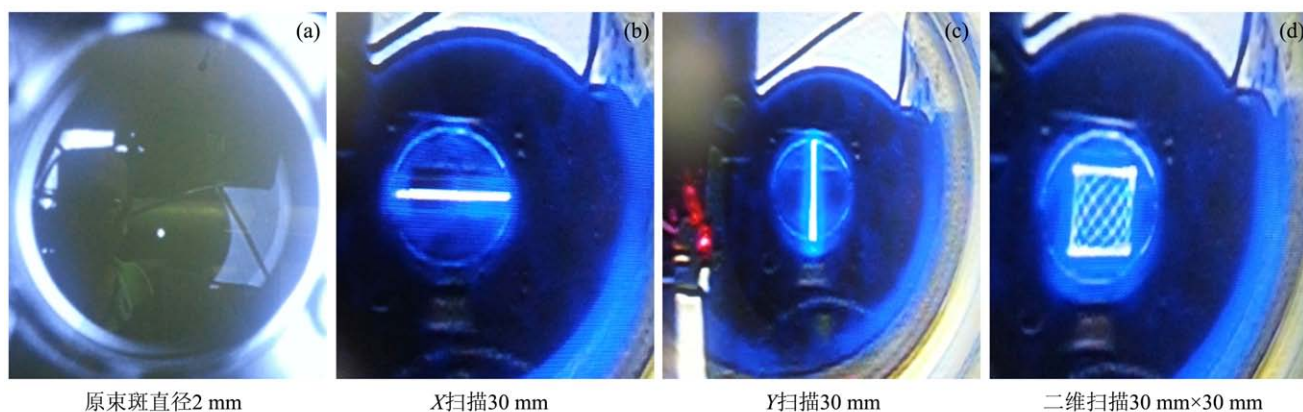


图 5 (在线彩图) 2 MeV 的  $\text{He}^+$  束斑及扫描图



### 3.2 温度及真空度测试

高温样品台通过调节加热电流的大小改变温度，使用热电偶和红外仪测试温度；测得最高温度为 950 °C，加热曲线如图 6 所示。低温样品台通入液氮，由铜质冷指冷却样品至液氮温度(196 °C)。同时，样品台在加热、冷却中仍能有效地作四维运动。

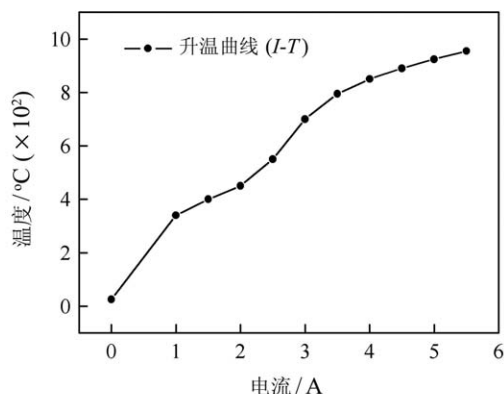


图 6 高温样品台升温曲线

由于样品台加热时对真空度有影响，因此，测试了不同温度下的真空度，结果如表 1 所列。

表 1 真空度测试

样品台温度	靶室真空测量值/Pa	束线真空测量值/Pa	备注
室温(约30 °C)	$2.7 \times 10^{-5}$		分子泵机组工作
450 °C	$2.8 \times 10^{-5}$	$1.0 \times 10^{-5}$	靶室与束线隔离
950 °C	$4.9 \times 10^{-5}$		束线与加速器隔断

## 4 初步实验

TMSR 研究中一个重要的问题是作为堆结构材料的合金在高温、高中子剂量以及熔盐腐蚀环境下的安全性能。在 TMSR 项目中，已开发了备选结构材料镍基 GH3535 高温合金，其热力学、耐熔盐腐蚀等性能都得到验证<sup>[3]</sup>，但氦对其性能的影响仍有待研究，因此需要探索氦及其相关缺陷在合金中的存在形态及其演化规律。利用新建装置，进行了 3 MeV 能量的氦离子对镍基 GH3535 合金样品的室温辐照，剂量  $1 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup>，束流强度 1 μA，辐照面积 1 mm×1 mm。辐照后在该装置上分别对样品进行了 773, 873, 973, 1073 K 的不同温度 1 h 等时退火处理。对样品进行了透射电镜 TEM 和 XRD 测量。样品成分和制备，以及微观测试见参考文献<sup>[3]</sup>。

图 7 为 3 MeV 氦离子辐照退火后，利用 XRD 分析得到的样品微观应变随温度变化的结果，可以看到，

辐照后微观应变迅速增大，773 K 退火后有所下降，随着退火温度的升高，微观应变也在相应地下降。其产生的原因可能是辐照后产生的氦泡及伴随的间隙型缺陷团簇的生成所造成的晶格畸变，导致 XRD 测到的微观应变增大。退火温度升高到一定温度后，氦泡的破裂以及缺陷的热回复使得微观应变下降。

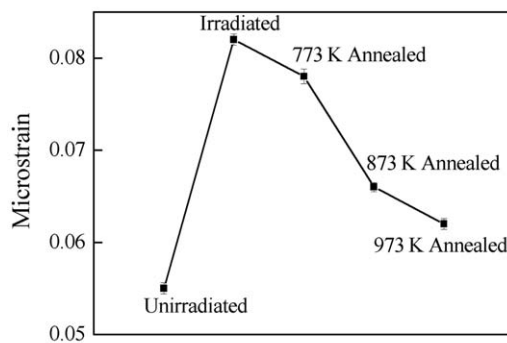


图 7 未辐照样、氦离子辐照退火前后 GH3535 合金样品的微观应变

图 8 为使用 TEM 观测得到的合金样品在未退火条件下微观结构图片。结果显示，室温辐照后，在合金离子表面 3~5 μm 处形成了大量 1 nm 左右的氦泡。由图 9 所示，经过高温 873 K 退火，同样深度区域内的氦泡密度反而有所减小。可能的原因之一是高温退火使得部分氦从样品内脱附出去而造成基体中氦含量减少，其次是

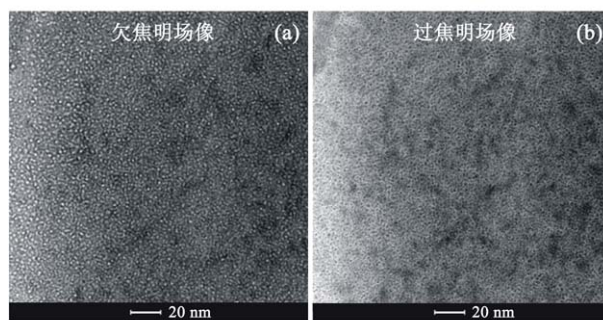


图 8 氦离子辐照后 GH3535 合金 TEM 微观结构

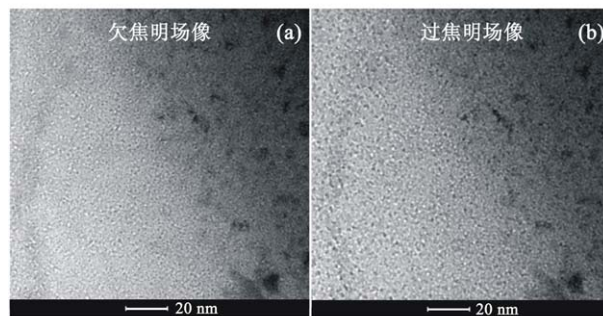


图 9 氦离子辐照后 873 K 退火 GH3535 合金 TEM 微观结构

高温退火加速氦泡的迁移, 同时也会加速间隙原子的迁移, 部分氦泡与间隙原子的复合可能是造成退火后氦泡密度减小的原因。此外, 小氦泡在较高温度下迁移合并成较大的氦泡, 也可能是造成其密度下降的原因之一。

对于能量 3 MeV, 剂量  $1 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup> 的氦离子辐照, 辐照后未退火样品内的氦泡密度较大, 退火后的密度反而有所减少。合金中的氦行为, 受到氦离子能量、剂量和温度等多种因素的影响。因此, GH3535 合金的氦脆问题, 需要深入的研究。

## 5 小结

为了开展利用离子束模拟 TMSR 材料的中子辐照损伤研究工作, 基于 4 MV 静电加速器, 研制了一台专用的辐照装置, 由束流传输线和高真空高温靶室组成。束流传输线包括束流监测、束流扫描部件, 可以实现均匀的辐照扫描。辐照靶室的差分抽变温样品台, 可以得到液氮温度至 950 °C 高温的辐照温度。调试结果表明, 束流束斑直径为  $\Phi 2 \sim 20$  mm, 最大扫描面积 30 mm $\times$ 30 mm, 高温下真空度优于  $4.9 \times 10^{-5}$  Pa。同时, 利用该装置初步开展了国产镍基 GH3535 合金中氦及其

缺陷的存在形态及其演化规律研究, 发现对于能量为 3 MeV、剂量为  $1 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup> 的氦离子辐照, 辐照后未退火合金样品内的氦泡密度较高, 873 K 退火后的样品内氦泡反而有所减少。氦泡及伴随的间隙型缺陷团簇的生成所造成的晶格畸变导致 XRD 测到的微观应变增大, 而当退火温度升高到一定温度后, 氦泡的破裂以及缺陷的热回复使得微观应变下降。调试和初步实验结果表明: 装置适用于高温合金及其他熔盐堆材料的辐照损伤研究。后续将开展熔盐堆材料如高温镍基合金、核石墨、Si/C 等相关材料的离子束辐照研究, 该装置在熔盐堆用于抗辐照材料的研发以及相关材料的辐照改性方面将发挥重要的作用。

## 参考文献:

- [1] ASTM E942 – 96. Standard Guide for Simulation of Helium Effects in Irradiated Metals [S]. USA: Philadelphia M, 1996.
- [2] WAS G, BUSBY J, ALLEN T, *et al.* Journal of nuclear materials, 2002, **300**(2): 198.
- [3] LIU Zhe, BAO Liangman, LIU Ke, *et al.* Nuclear Techniques, 2015, **38**(72): 07065. (in Chinese)  
(刘哲, 包良满, 刘可, 等. 核技术. 2015, **38**(72): 07065.)

# A High Temperature Irradiation Facility at SINAP's 4 MV Electrostatic Accelerator and First Tests of the Ion Irradiation

LEI Qiantao<sup>1,2</sup>, BAO Liangman<sup>1,2</sup>, LI Jianjian<sup>1,2</sup>, LIU Zhe<sup>1,2</sup>, GAO jie<sup>1,2</sup>, CAO Jianqing<sup>1,2</sup>, DENG Qi<sup>1,2</sup>, WANG Yongqi<sup>1,2</sup>, LI Xiaolin<sup>1,2</sup>, YE Bonian<sup>1,2</sup>, ZHU Dezhang<sup>1,2</sup>, MAO Yu<sup>1,2</sup>, YAN Long<sup>1,2</sup>, ZHOU Xingtai<sup>1,2</sup>

(1. Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

2. Key Laboratory of Nuclear Radiation and Nuclear Energy Technology, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

**Abstract:** This paper describes the ion beam irradiation facility built up at the 4 MV electrostatic accelerator of Shanghai Institute of Applied Physics (SINAP), CAS for simulating neutron damage to thorium molten salt reactor (TMSR) material studies. The system mainly consists of a beam line containing the magnetic scanning device and the beam monitoring device, and the high temperature high vacuum chamber. H<sup>+</sup>, He<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup> ions (< 4 MeV, 2  $\mu$ A) from the accelerator are used for ion beam irradiation. The range of irradiation temperature is from the liquid nitrogen temperature to 950 °C. The maximum irradiation field is equal to 30 mm $\times$ 30 mm. Beam energy degrade with rotating aluminum foils is installed in the chamber, so that the uniformity damage can be obtained within a certain range of the target materials. The preliminary ion irradiation experiments showed that this facility is suitable for exploring radiation effects on the refractory metals as well as other potential TMSR materials.

**Key words:** ion irradiation facility; electrostatic accelerator; high temperature

**Received date:** 22 Oct. 2014; **Revised date:** 18 May 2015

**Foundation item:** Strategic Priority Research Program of Chinese Academy of Sciences (XDA02000000); Natural Science Foundation of Shanghai (14ZR1448300)

**Corresponding author:** BAO Liangman, E-mail: baoliangman@sinap.ac.cn.