

На правах рукописи
УДК 539.1.07

Маркин Александр Иванович

**МЕТОДЫ МАГНИТНОЙ МИКРОСКОПИИ И ИХ
ПРИМЕНЕНИЕ В ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ
ФИЗИКЕ**

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Троицк – 2013

Подписано в печать __ __ __. Формат 60x90/16
Печать офсетная. Усл. печ. л.1,75
Тираж 65. Заказ 54
Отпечатано в XXXXXXXXX
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

На правах рукописи

Маркин Александр Иванович

**МЕТОДЫ МАГНИТНОЙ МИКРОСКОПИИ И ИХ
ПРИМЕНЕНИЕ В ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ФИЗИКЕ**

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Троицк – 2013

Работа выполнена в Отделении физики токамаков реакторов
Государственного научного центра Российской Федерации Троицкого
института инновационных и термоядерных исследований.

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук, профессор
Д.Д. Малюта, директор ОИП, ГНЦ РФ ТРИНИТИ

доктор физико-математических наук, профессор
Л.Б. Беграмбеков, профессор НИЯУ МИФИ

Доктор технических наук, профессор
Б.А. Гурович,

Ведущая организация:

ВНИИНМ имени А.А. Бочвара

Защита состоится «» «.....» 2013 г. в _____ на заседании
диссертационного совета ДС 520.009.06 по адресу:

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке .

Автореферат разослан « » 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета _____
доктор физико-математических наук **ФЮ**

I. ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ.

Актуальность проблемы. Методы получения увеличенных или уменьшенных изображений поверхностей объектов в течении длительного времени являлись и являются одним из основных способов изучения структуры материалов, происходящих в них процессов, вызывают наибольший интерес в связи с развитием и разработкой нанотехнологий и вносят существенный вклад в исследования. Современный этап исследований и проводимых физических экспериментов по изучению структуры различных объектов предполагает комплексный подход с одновременным использованием нескольких методов наблюдения физических процессов в том числе и по эмиссионной способности поверхностей и тонких пленок для получения более точной и достоверной информации. Особую значимость для развития атомной, термоядерной и водородной энергетики получили исследования распространения и удержания изотопов водорода (протия, дейтерия и трития) в материалах, представляющих наибольший интерес для энергетики будущего. Исследования процессов насыщения и диффузии водорода в перспективных металлах методами магнитной микроскопии с высоким разрешением и чувствительностью позволяют расширить наши представления о структуре поверхностей и приповерхностных слоев и направить усилия на совершенствование их характеристик. Таким образом, рассмотренная в диссертации тема является актуальной.

Задачей диссертационной работы является экспериментальное изучение и описание физических механизмов формирования и транспортировки увеличенных и уменьшенных изображений поверхностей объектов, эмитирующих заряженные частицы от исследуемой поверхности к регистрирующему экрану, а также разработка нового способа исследования насыщения и диффузии изотопов водорода в металлах с применением метода меченых атомов.

В диссертационной работе рассматриваются **четыре основных направления исследований:**

1. Получение увеличенных изображений в магнитном микроскопе и получение уменьшенных изображений в магнитовизоре.
2. Исследование условий достижения максимальной разрешающей способности метода магнитной микроскопии.

3. Исследование условий формирования изображений поверхностей материалов с различной электронной эмиссионной способностью.

4. Исследование процессов насыщения и диффузии водорода (трития) в металлах, использующихся в ядерной и термоядерной энергетике.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Представлен способ визуализации поверхности объекта, эмитирующей заряженные частицы – магнитный микроскоп, изобретенный автором (с соавторами Е.Г. Утюговым и В.Е. Черковцом). Проведено его аналитическое и экспериментальное рассмотрение.
2. Разработан, теоретически обоснован и создан новый тип микроскопа – магнитный микроскоп, получены изображения с увеличением ~50.
3. Теоретически обосновано, разработано и создано новое устройство (магнитовизор) для получения уменьшенных изображений, получены изображения больших поверхностей.
4. Разработана с применением магнитного микроскопа новая методика подробного исследования детальной структуры диффузионного распределения трития в металлах. Проанализирована структура распределения, состоящая из приповерхностного слоя, следующего за ним провала, участка классического диффузионного распределения и далее подножия межзеренной диффузии.
5. Установлена общая модель диффузионного распространения водорода по глубине для ряда металлов.
6. Установлено существенное влияние плёнок из металлов с отрицательной энергией активации на уровень насыщения водородом металла с положительной энергией активации.
7. Установлено взаимодействие изотопов водорода (протий-тритий) в поликристаллической структуре металлов, что открывает новые возможности в экологии трития, в том числе для ограничения его выхода в окружающую среду.
8. Проведено изучение возможностей новых способов удаления (деактивации) трития из металла: метод лазерного импульсного удаления из поверхностного слоя и способ предварительного насыщения нерадиоактивным изотопом водорода.

Научное и практическое значение работы:

Показано, что использование принципа адиабатически инвариантного движения заряженных частиц в неоднородном магнитном поле позволяет создать метод транспортировки изображений на значительные (в выполненных экспериментах до 1 м) расстояния и без применения высоковольтного оснащения.

Применение магнитного микроскопа позволяет проводить детальные исследования распределения эмитирующей способности поверхности с разрешением ~ 30 мкм и чувствительностью до 1 эл/см²сек

Разработанный способ получения уменьшенных изображений в магнитовизоре позволяет применять его в замкнутых сосудах – оборудовании вакуумной камеры термоядерного реактора или в космосе (в вакуумных условиях) – для получения информации о распределении радиоактивных загрязнений.

Комплексное применение методов магнитной микроскопии и автордиографии или радиолюминографии позволяет получать дополнительную информацию о распределении трития при исследовании его распределения в приповерхностном слое и по глубине материалов.

При помощи магнитного микроскопа можно получать информацию о распределении в поверхностном слое для всех β - и α -радиоактивных изотопов в виде двумерных изображений.

Применение магнитного микроскопа дает возможность изучать детальную структуру распределения трития по глубине материалов.

Применение напыленных пленок с отрицательной энергией активации дает возможность насыщать металлы водородом до концентрации твердого тела.

Применение магнитного микроскопа открывает новые возможности для получения количественных характеристик насыщения и диффузии водорода в металлах и сплавах.

Предварительное внедрение одного изотопа водорода (на примере протия) в металле ограничивает внедрение трития в первую стенку термоядерного реактора.

Метод насыщения металлов водородом (тритием) является новым диагностическим средством для изучения структуры поверхности и приповерхностного слоя в микро- и нано- диапазоне.

Достоверность и обоснованность результатов исследований обусловлена тем, что анализ базируется на хорошо известных в физике

плазмы условиях адиабатической инвариантности движения заряженных частиц в неоднородном магнитном поле и экспериментальном подтверждении результатов проведенного анализа условий получения как увеличенных (магнитный микроскоп), так и уменьшенных (магнитовизор) изображений. Экспериментальные данные по детальному распределению трития в различных металлах и его диффузионным характеристикам нашли подтверждение в работах как российских, так и зарубежных авторов. Полученные автором материалы прошли апробацию на видных российских и международных форумах, опубликованы, в том числе, и в ведущих журналах по физике, энергетике, приборостроению и материаловедению, что также подтверждает обоснованность и надежность полученных результатов.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Возможность формирования увеличенных (уменьшенных) изображений плотности эмиссии заряженных частиц из поверхностного слоя в убывающем (возрастающем) магнитном поле магнитного микроскопа (магнитовизора) показана. Результаты анализа механизма транспортировки формируемого заряженными частицами изображения. Достигнуто максимальное увеличение изображения (~50 в магнитном микроскопе) и максимальное уменьшение изображения (~1/40 в магнитовизоре).
2. Способы реализации увеличенных и уменьшенных изображений распределения эмиссии заряженных частиц в методах магнитной микроскопии.
3. Определена разрешающая способность метода магнитной транспортировки изображений, определяемая ларморовским радиусом заряженных частиц в магнитном поле и распределением плотности вероятности их нахождения в магнитной силовой трубке. Установлено, что для толстого источника бета-частиц с их изотропной эмиссией из ядер реальное разрешение составляет долю ларморовского радиуса.
4. Методики поперечного среза и последовательного снятия слоёв образцов с их исследованием в магнитном микроскопе для определения активности трития по глубине материалов.
5. Определение детальной структуры распределения трития в поликристаллической структуре металлов, представляющей совокупность участков: погранслоя, спада за погранслоем, область классической диффузии и область межзёрненной диффузии.

6. Обнаружение взаимодействия диффузионных потоков изотопов водорода в металле, что приводит к: существенному ограничению внедрения трития в нержавеющую сталь при предварительном насыщении его протием; более эффективному удалению трития из зоны насыщенной протием образца при проведении его термической дегазации.
7. Возможность насыщения водородом металлов с положительной энергией активации через напылённые тонкие плёнки с отрицательной энергией активации. Установлен факт водородного насыщения металла за напылённой плёнкой до его концентрации в плёнке с отрицательной энергией активации и его проникновение на глубину внедрения в соответствии с законом Фика.
8. Экспериментальное подтверждение возможности исследования приповерхностного слоя материалов методом меченых атомов водорода с применением методов магнитной микроскопии с разрешением по глубине поверхностного слоя менее 1 мкм.

Апробация работы:

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на Международных конференциях: взаимодействие ионов с поверхностью ВИП-2001, Звенигород, 2001; физико-химические процессы при селекции атомов и молекул, Звенигород, 2003; 2004; 2005; 2006; 2008; 2009 тритиевая наука и технологии: “Tritium 2004”, Баден-Баден, Германия, 2004; “Tritium 2007”, Нью Йорк, США, 2007; на конференциях: по радиоэкологии, Обнинск-1996; по физическим проблемам экологии (физическая экология), МГУ, Москва, 1997; по физике плазмы и УТС, Звенигород 2002; по материалам ядерной техники МАЯТ, Агой, Краснодарский край, 2003; Звенигород, 2007; на отраслевом семинаре Росатома по физическому моделированию изменения свойств реакторных материалов в номинальных и аварийных условиях, 2005, а также на научных семинарах ТРИНИТИ (Троицк 1998-2009).

Получены патенты на метод визуализации изображений: магнитный микроскоп, магнитовизор и на метод сохранения водорода: аккумулятор водорода.

Модель магнитного микроскопа была представлена на нескольких выставках: на Всемирном салоне изобретений и инноваций - Брюссель – Эврика – 2000, где была отмечена дипломом с присуждением ей международным жюри «Золотой медали»; на

выставке Интеллектуальная собственность России, организованной в г. Москва, 2002 г. министерством промышленности, науки и технологий РФ и отмечена дипломом; на Международной универсальной выставке «Ресурсы, идеи, технологии– взгляд в ЭКСПО - 2010», г. Москва, Всероссийский выставочный центр, 2002 г. и отмечена дипломом; на IV Московском международном салоне инноваций и инвестиций, организованном в г. Москва, ВВЦ, 2004 г. и отмечена дипломом.

Публикации.

По материалам диссертации опубликовано 41 научных работ, из них 23 в реферируемых изданиях.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения. Общий объем диссертации составляет ___ страниц. Диссертация содержит 104 рисунка, 12 таблиц и список литературы из 205 наименований.

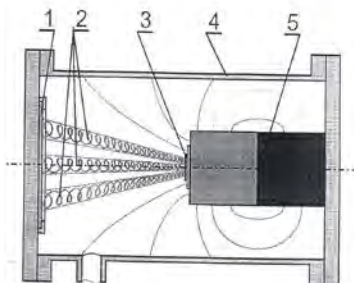
II. КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность рассматриваемой темы, дается описание содержания диссертации и основных результатов, выносимых на защиту.

Первая глава диссертации – вводная.

Проведено обоснование применения методов магнитной микроскопии: разрешение определяется радиусом вращения зарядов в магнитном поле $r_{\perp} = mv_{\perp}/eB$ при начальном $r_{\perp 0} = mv_0/eB_0$; увеличение изображений осуществляется в убывающем магнитном поле; при этом выполняется условие сохранения магнитного потока $B_0S_0 = B_1S_1$ и, что особенно важно, условие адиабатически инвариантного движения зарядов $mv_{\perp 0}^2/B_0 = mv_{\perp 1}^2/B_1$. Отсюда следует, что ларморовские радиусы частиц вблизи образца и вблизи экрана имеют такое же соотношение, как и линейные поперечные размеры образца r_0 и экрана r_1 : $(S_1/S_0)^{1/2} = r_{\perp 1}/r_{\perp 0} = r_1/r_0 = (B_0/B_1)^{1/2}$. Этот результат теории, описывающий адиабатическое движение заряженных частиц в магнитном поле, лежит в основе обсуждения возможности получения увеличенных изображений структур поверхности с размером $\sim r_{\perp 0}$. Представлены экспериментальные результаты и получены изображения, характеризующие возможности и области применения магнитного микроскопа. Рассмотрено влияние неоднородной

структуры магнитного поля, объемного заряда, продемонстрирован визуально результат нарушения адиабатической инвариантности движения заряженных частиц в неоднородном магнитном поле. Описана экспериментальная установка, представляющая собой макет магнитного микроскопа.



Действующая модель магнитного микроскопа. Принципиальная схема: 1 – фотопленка, область магнитного поля B_1 , 2 – траектории движения заряженных частиц (с радиусом вращения r_n) между источником и экраном с расстоянием L , 3 – источник эмиссии заряженных частиц, область магнитного поля B_0 , 4 – вакуумная камера, 5 – магнитная система.

Во Второй главе исследуются методы получения изображений поверхностей, эмитирующих заряженные частицы.

Метод получения увеличенных изображений в неоднородном (убывающем) – магнитном поле микроскопа. Получены первые результаты, подтверждающие возможность получения увеличенных изображений, формируемых и транспортируемых магнитным полем. Рассмотрены вопросы разрешения и чувствительности метода.

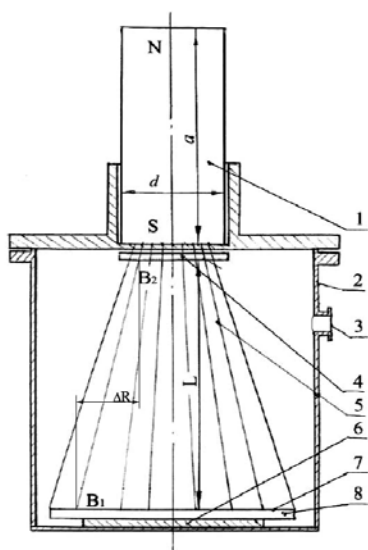


Увеличенные изображения тритиевого источника β -частиц, закрытого маской с отверстиями, на различных расстояниях от источника. Увеличение α : 2,6; 3,9; 7,3; 15,8.

← 10мм →
Изображение эмиссии β -электронов открытого тритиевого источника.

Метод автордиографии, широко известный способ получения изображений слоев поверхности радиоактивных изотопов, используемый для сравнения с методом магнитной микроскопии.

Метод получения уменьшенных изображений (больших поверхностей объектов) – метод магнитовизора с применением возрастающего магнитного поля вдоль направления движения заряженных частиц от объекта к регистрирующему экрану.



Принципиальная схема магнитовизора:

- 1- система магнитного поля (СМП),
- 2- вакуумная камера,
- 3- вакуумная откачка,
- 4- фотопленка,
- 5- силовые линии магнитного поля,
- 6- подставка для крепления исследуемого объекта,
- 7- поверхность, эмиттирующая заряженные частицы,
- 8- исследуемый объект.

В Третьей главе изучаются методы и экспериментальные результаты исследования в магнитном микроскопе поверхностей, эмиттирующих заряженные частицы, и экспериментальные данные о распределении трития в образцах.

Разработана методика получения изображений распределения плотности эмиссии электронов для поверхностей и срезов образцов, насыщенных радиоактивным изотопом водорода - тритием, который при β -распаде эмиттирует электроны с мягким спектром энергии (18,6 кэВ). Анализируются результаты проведенных экспериментов: при регистрации широкого спектра электронной эмиссии лучшее разрешение в микроскопе достигается за счет возрастания локальной

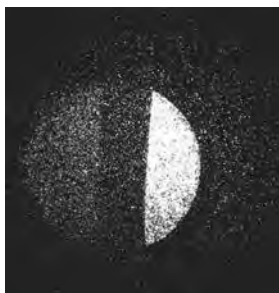
плотности эмиссии частиц с малым ларморовским радиусом (площадь ларморовского кружка).



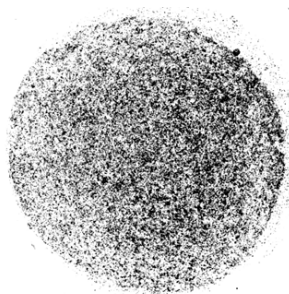
а- изображение поперечного среза фрагмента источника длиной 6,7 мм с толщиной слоя относительно высокой активности от 50 до 100 мкм, в магнитном поле $B_0=1$ Т с увеличением $\alpha=11$, регистрация на фотоплёнку, время экспозиции $t=12$ час.

б- изображение участка поперечного среза фрагмента источника с толщиной слоя относительно высокой активности до 100 и более микронов, выполненного на его фрагменте в магнитном поле $B_0=1$ Т с увеличением $\alpha=11$, время экспозиции $t=12$ час. Регистрация на экран микроканальной пластины электронно-оптического преобразователя.

Изучена методика получения изображений поверхностей радионуклидов, эмитирующих β -, α -частицы высокой энергии и ядра отдачи большой массы. Рассмотрены процессы: позволившие получить изображения с высокой чувствительностью и разрешением в случае α -распада ядер; позволившие получить изображения поверхностей источников β -эмиссии электронов высокой энергии; позволившие получить изображения при сопутствующем γ -фоне широкого спектра энергий.

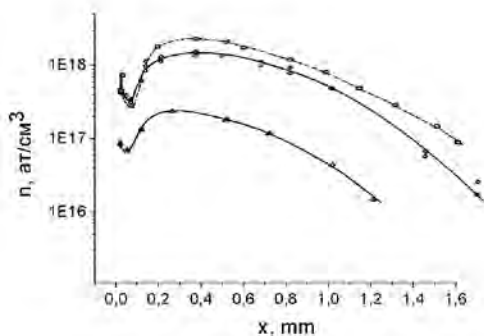
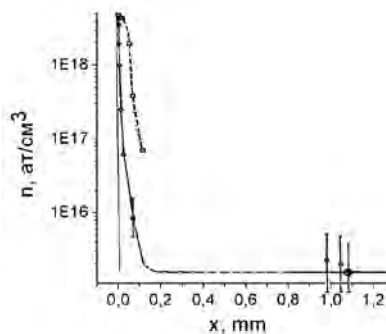
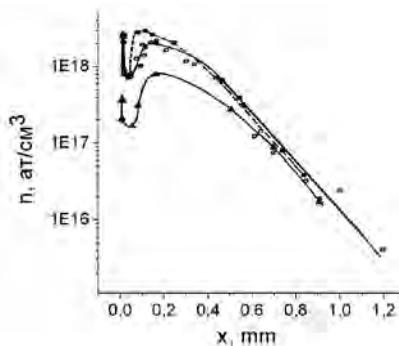


Изображение источника ^{239}Pu диаметром $D=8$ мм частично закрытого алюминиевыми фольгами 11 и 22 мкм, $\alpha=1,4$, $L=8$ мм, $B_0=0,5$ Т.



Изображение среза топливной таблетки ТВЭЛ ТВС для реакторов на тепловых нейтронах - толщиной 3 мм, полученное в магнитном микроскопе с увеличением $\alpha=2$ и расстоянием между поверхностью среза и регистрирующим экраном 18 мм с временем экспозиции - 30 мин

Проведены измерения распределений трития в поверхностном слое и по глубине образцов. Получена структура распределения трития по глубине, представляющая область приповерхностного слоя и область классической диффузии. Проведено исследование распространения изотопа водорода -третия в таких перспективных металлах, как нержавеющая сталь, инконель, медь и алюминиевая бронза.



Вверху: Распределение трития по глубине образцов из нержавеющей стали и меди.

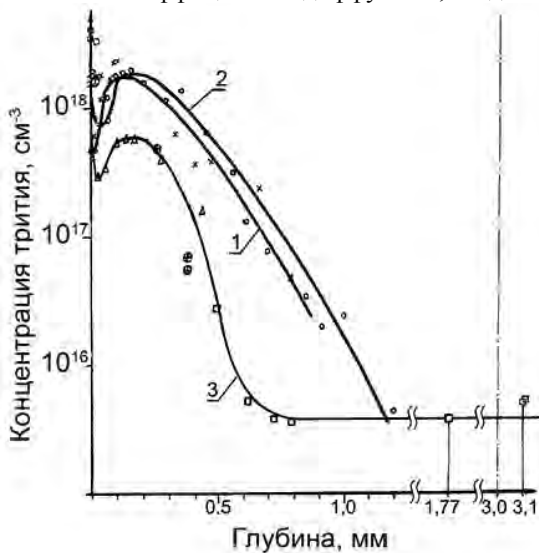
Слева: Распределение трития по глубине образца из инконеля.

В Четвёртой главе представлены расчёты и экспериментальные результаты растворимости и диффузии трития в металлах.

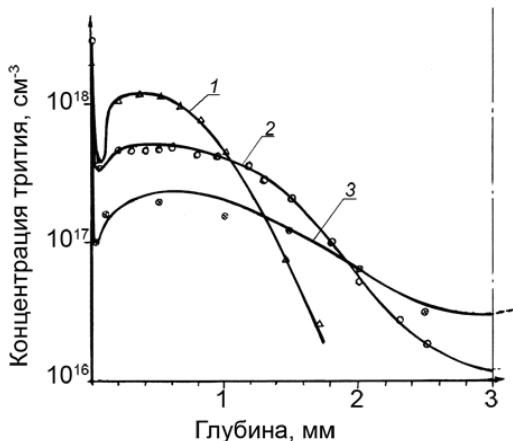
Проведён анализ диффузионного процесса в поликристаллической структуре металла.

Получены экспериментальные данные детального распределения трития в металлах. Распределение включает погранслои, область спада за погранслоем, область классической диффузии и область межзёрненного подножия. Изучен процесс эволюции распределения

тригия в металле в режиме хранения. Установлено существенное снижение коэффициентов диффузии и, следовательно, проницаемости.

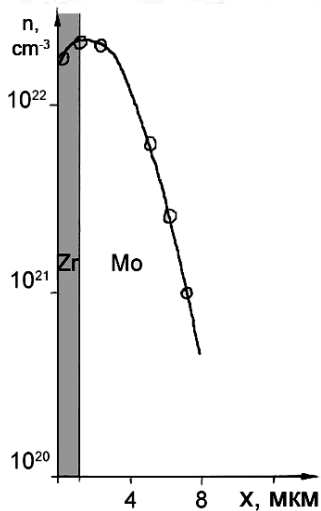
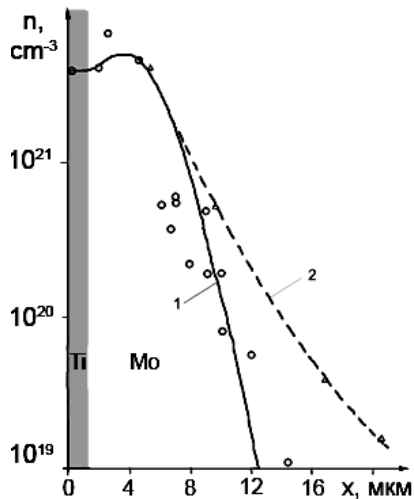
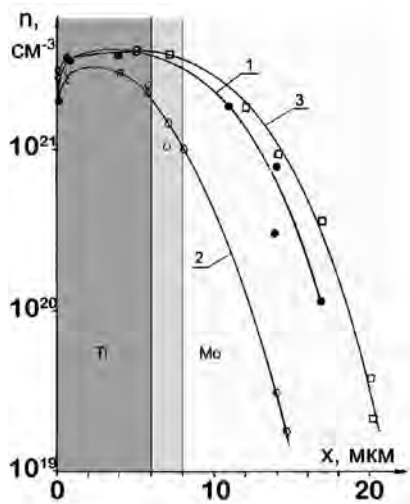


Распределение концентрации трития по глубине образца из нержавеющей стали.
1 - время хранения образца 1,5 месяца,
2 - 15 месяцев,
3 - 5 лет



Распределение концентрации трития по глубине образца из инконеля 600.
1 - время хранения образца 1,5 месяца,
2 - 15 месяцев,
3 - 28 месяцев.

Рассмотрено внедрение трития в металл через напылённые тонкие плёнки с отрицательной энергией активации. Полученные экспериментальные результаты выявили проникновение большого количества трития из пленки в подложку.

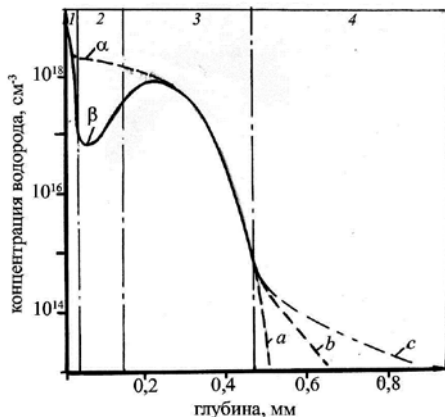


Диффузия трития в металл через напыленные пленки.

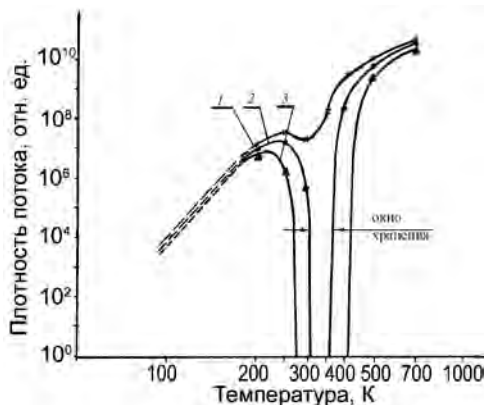
Анализируются результаты экспериментального исследования диффузионных процессов трития в ряде металлов на основе полученных детальных одномерных распределений его концентрации. Параметры диффузии в глубине соответствуют международным данным, но существенно отличаются для погранслоя образцов.

Выполнены расчёты двухпоточкового (через зерна и по межзерненным каналам) распространения трития в

поликристаллической структуре металлов. Рассмотрена модель взаимодействия зёрненного и межзёрненного диффузионных потоков водорода и их зависимости от параметров зёрен. Установлено, что область экологически безопасного хранения изотопов водорода в замкнутых сосудах и находится в диапазоне температур от 50 до 80С.



Общая структура распределения водорода в металле

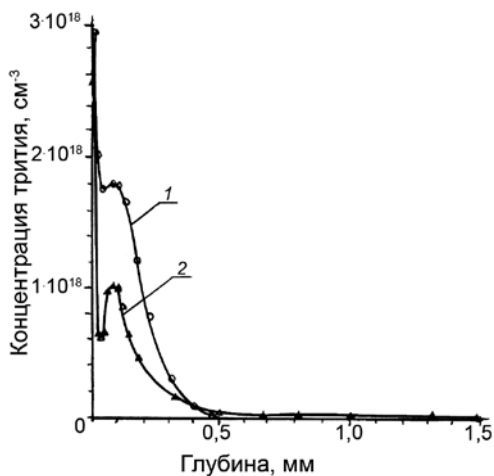


Температурная зависимость плотности выходящего наружу потока водорода для времени хранения 1 год от толщины стенки замкнутого сосуда
 1 – 0,2 см,
 2 – 0,6 см,
 3 – 2 см.

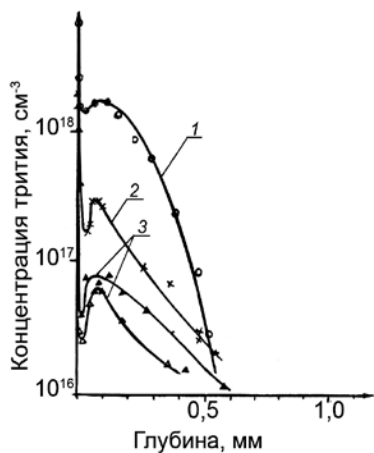
В Пятой главе рассмотрены и экспериментально подтверждены возможности применения методов магнитной микроскопии для различных прикладных задач.

Проведены уникальные эксперименты по взаимодействию диффузионных потоков водорода трития и протия в

поликристаллической структуре металла. Эксперименты показали: существенное ограничение внедрения трития в образец и более эффективную термодетритизацию, что важно для предотвращения выхода трития в окружающую среду.

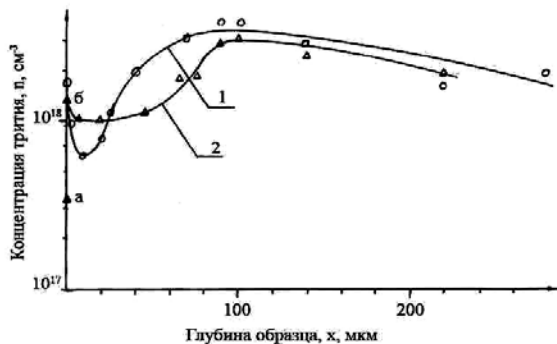


Распределение концентрации трития по глубине образца из нержавеющей стали:
1 - без предварительного насыщения водородом, 2 - с предварительным насыщением водородом.



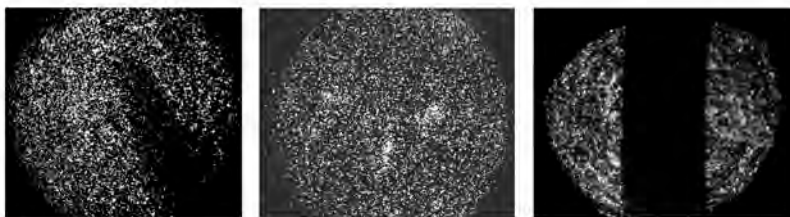
Распределение концентрации трития по глубине образцов.
1- после насыщения тритием без предварительного насыщения протием, 2 - после дезактивации образца без предварительного насыщения протием, 3 – после дезактивации образца с предварительным насыщением водорода.

Проведены экспериментальные исследования, направленные на решение экологических проблем термоядерного реактора – дезактивация поверхностных слоёв конструкций от внедренного трития методом локального нагрева поверхности лазерным излучением с использованием его сканирования. Продемонстрировано существенное снижение запаса трития в приповерхностном слое.



Распределение концентрации трития по глубине образца, полученное с помощью магнитного микроскопа. 1 – до лазерного облучения, 2 - после лазерного облучения.

Исследовались параметры плотности электронной эмиссии различных материалов при их облучении потоками частиц или гамма квантов на примере облучения поверхности полиэтиленовой и медной фольги тяжёлыми заряженными частицами: α -частицами и ядрами отдачи. Эксперименты выявили существенное различие плотности эмиссии для облученных материалов.



Изображение эмиссии электронов с поверхности полиэтилена и медной полоски в центре, под воздействием α -частиц и ядер отдачи ^{233}Pa .

Треки от взаимодействия ядер отдачи ^{235}U с атомами поверхности источника ^{239}Pu .

Источник плутония ^{239}Pu с алюминиевой фольгой.

Заключение.

В Заклчении кратко суммированы выводы и основные результаты диссертации. Проведено обсуждение реальных и возможных перспектив исследований, представленных в диссертации.

III. ВЫВОДЫ

Экспериментальные исследования, выполненные автором при работе над Диссертацией посвящены изучению физических условий формирования и транспортировки увеличенных (уменьшенных) изображений исследуемых поверхностей, эмитирующих заряженные частицы, в неоднородном магнитном поле и применению методов магнитной микроскопии в атомной и ядерной физике, технике и технологиях.

Основные результаты работы:

Предложен новый способ исследования поверхностей материалов – магнитный микроскоп (эмиссионный) для получения увеличенных изображений поверхностей малых объектов. Сформулированы и обоснованы принципы создания увеличивающих систем (магнитного микроскопа) на основе адиабатического движения заряженных частиц в убывающем от образца к экрану магнитном поле.

Достигнуто увеличение изображений до ~50 раз и разрешающая способность до ~30 мкм для β -эмиссии трития, а для электронной эмиссии при α -распаде ядер (нептуний и плутоний) разрешение составило ~10 мкм. Получены увеличенные изображения для всех радиоактивных источников, излучающих заряженные частицы, используя их β -излучение, вторичное излучение δ - и Оже- электронов при α - распаде ядер. Реализован широкий диапазон измерений концентрации трития с применением магнитного микроскопа от $3 \cdot 10^{22}$ см⁻³ до $\sim 10^{14}$ см⁻³. Достигнута высокая чувствительность метода с формированием изображений распределения радиоактивности, которая для трития составляет до 1 Бк/см², а для α -излучателей 10^{-1} - 10^{-2} Бк/см².

Экспериментально подтверждена возможность уменьшения масштаба изображения больших поверхностей, эмиттирующих заряженные частицы в магнитовизоре, в соответствии с законом сохранения магнитного потока $B_1 S_1 = B_2 S_2$. Установлена эффективность комплексного использования всех трёх методов: магнитного микроскопа, магнитовизора и автордиографии.

Методом магнитной микроскопии впервые получены детальные распределения трития по глубине образцов, состоящие из следующих участков: 1- погранслои, отражающий свойства структуры поверхности; 2- провал концентрации сразу за погранслоем; 3- классическое распределение по глубине с диффузионным масштабом $x \approx 2(D_{c1}t)^{1/2}$; 4 - область межзеренной диффузии. Проведено подробное исследование распределений водорода по глубине ряда металлов: нержавеющая сталь и инконель с относительно высоким уровнем насыщения; медь и алюминиевая бронза с малым уровнем насыщения.

Выявлено несоответствие полученных экспериментальных данных с последними литературными данными об экспериментах с образцами меди из-за представления межзеренной диффузии водорода в меди, как общего диффузионного процесса. При насыщении в условиях высокой температуры ($T=900\text{K}$, $P=10^4\text{ Па}$) обнаружено наличие общей диффузии с присутствием межзеренного распространения трития и, таким образом, впервые получена общая структура диффузионного процесса для меди.

Впервые экспериментально установлена возможность насыщения металлов с положительной энергией активации водородом до концентраций, равных концентрации атомов используемого металла при использовании схемы насыщения через напыляемые плёнки с отрицательной энергией активации, что может представлять интерес, например, для водородной энергетики.

Проведен анализ диффузионных процессов водорода в поликристаллических структурах. Установлена взаимосвязь между общедиффузионным процессом распространения водорода и вкладом в него парциальных диффузионных потоков - через зёрна и по межзеренному каналу. Впервые обнаружен провал выхода водородного потока через стенку в диапазоне температур перехода от диффузии через зёрна к диффузии только по межзеренному каналу.

Впервые проведено изучение процесса взаимодействия изотопов водорода в металле для образцов с предварительным насыщением противом и без него. При этом обнаружено существенное ограничение поступления трития в металл. Полученные данные для нержавеющей стали продемонстрировали снижение уровня насыщения трития в металле в ~ 2 раза и уменьшение глубины его внедрения. Установлено, что при предварительном насыщении противом нержавеющей стали происходит существенно более эффективная термическая детритизация металла за счёт меньшей глубины внедрения и

воздействия на тритий выходящего потока протия. Установленный эффект может иметь важное значение для термоядерной энергетики.

С помощью магнитного микроскопа, установлена возможность дезактивации поверхностного слоя (загрязненного тритием) на глубину до 100 мкм лазерным излучением без использования общего прогрева объекта.

Продемонстрирована возможность определения эмиссионных свойств материалов в магнитном микроскопе методом облучения поверхности образцов ионами (продукты распада радиоактивных ядер), «незамагнитченными» в магнитном поле.

Исследования, представленные в Диссертационной работе были частично поддержаны Российским фондом фундаментальных исследований: проекты № 98-02-1622, 03-02-17331, 05-02-08035 офи-э, 09-08-00187а.

Основные положения диссертации содержатся в следующих опубликованных работах:

1. А.И. Маркин, Е.Г. Утюгов, В.Е. Черковец. Экспресс-метод анализа β -спектров радионуклидов для оценки радиозэкологического состояния территорий. II Обнинский симпозиум по радиозэкологии. Рефераты докладов, Обнинск, 1996, С. 108-109.
2. Маркин А.И., Черковец В.Е. Определение малых ($\sim 10^{-10}$ Ки/л) концентраций изотопов ^{90}Sr - ^{90}Y и получение увеличенных изображений бета-источников в сильных магнитных полях. Всероссийская научная конференция «Физические проблемы экологии (физическая экология)». Москва, МГУ им. М.В. Ломоносова, 1997, С. 49-50.
3. Маркин А.И., Утюгов Е.Г., Черковец В.Е. «Высокочувствительный способ исследования бета-радиоактивных материалов в магнитном поле», Атомная энергия, Т. 82, Вып. 3, март 1997 г., С.222-226.
4. Маркин А.И., Утюгов Е.Г., Черковец В.Е. Способ визуализации на экране изображений исследуемых объектов и устройство для реализации способа. Патент N2101800 RU. Класс 6 Н 01 J 37/285, 31/50. – Бюл. Роспатента «Изобретения», 1998, №1, С. 412.
5. Маркин А.И., Полулях Е.П., Черковец В.Е. О возможности получения увеличенных изображений эмиттирующих поверхностей в неоднородном магнитном поле. Известия АН, Серия физ., 1998, Т. 62, № 10, С. 2076-2080.

6. Бабаев Н.С., Клименко Е.Ю., Маркин А.И., Полулях Е.П., Черковец В.Е. “Магнитные системы для исследования поверхностей, эмитирующих заряженные частицы”, Труды Международной конференции по магнитной технологии МТ-15, Китай, 1997, Т.1, С.88-91.
7. В.В. Беликов, А.И.Маркин, Е.П.Полулях, В.Е.Черковец “Экспериментальное наблюдение и математическое моделирование увеличенных изображений эмиттирующих поверхностей в убывающем магнитном поле” Доклады АН, 1999, Т. 367, №5, С.608-612.
8. Маркин А.И., Полулях Е.П., Черковец В.Е. Магнитный микроскоп для исследования эмиттирующих заряженные частицы поверхностей. Приборы и техника эксперимента, 1999, № 5, С.108-113.
9. Маркин А.И., Утюгов Е.Г., Черковец В.Е. α -, β - изображение радиоактивных источников в магнитном поле. Атомная энергия, Т. 88, Вып. 4, апрель 2000 г., С. 287-292.
10. Азизов Э.А., Маркин А.И., Черковец В.Е. Исследование диффузии и запаса трития в материалах методом магнитной микроскопии. Инженерная физика, № 1, 2002 г.
11. Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец. Исследование распределения трития на поверхности и в слоях твердых тел методом магнитной микроскопии. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов. Теоретические и экспериментальные исследования, выполненные в 2001 году. Сборник трудов. Вып. 1, Троицк 2002г., С. 140-148.
12. Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец, Н.Н. Рязанцева, В.Н. Тебус. Исследование проницаемости трития в материалы первой стенки термоядерного реактора с применением магнитного микроскопа. Прикладная физика, № 1, 2003, 49-54.
13. Азизов Э.А., Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Черковец В.Е., Рязанцева Н.Н., Тебус В.Н. Исследование распределения трития в материалах первой стенки термоядерного реактора с применением магнитного микроскопа. Вопросы атомной науки и техники. Серия: термоядерный синтез, Вып. 1-2, 2002, С. 64-70.
14. Азизов Э.А., Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Черковец В.Е., Рязанцева Н.Н., Тебус В.Н. Изучение диффузии трития в образцах материалов, предназначенных для вакуумной камеры термоядерного реактора, с помощью магнитного микроскопа. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов.

- Теоретические и экспериментальные исследования, выполненные в 2002 году. Сборник трудов. Вып. 2, Троицк 2003г., С. 53-58.
15. Маркин А.И., Черковец В.Е. Способ визуализации изображений объектов, эмитирующих заряженные частицы, и устройство для реализации способа. Патент № 2210138 RU. Класс 7 Н 01 J 37/285, 31/50. - Бюл. Роспатента «Изобретения. Полезные модели», 2003, №22, С.768.
 16. Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Черковец В.Е. Магнитовизор для получения изображения поверхностей, эмиттирующих заряженные частицы. Атомная энергия, 2004, Т. 96, Вып. 4, С. 285-291.
 17. Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Черковец В.Е. Магнитовизор для получения изображений поверхностей, эмитирующих заряженные частицы. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов. Теоретические и экспериментальные исследования, выполненные в 2003 году. Сборник трудов. Вып. 3, Троицк 2004г., С. 33-38.
 18. Черковец В.Е., Азизов Э.А., Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Рязанцева Н.Н., Ривкис Л.А. Исследования тритиевого загрязнения поверхности термоядерных материалов с помощью неоднородных магнитных систем. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов. Теоретические и экспериментальные исследования, выполненные в 2004 году. Сборник трудов. Вып. 4, Троицк 2005г., С. 23-27.
 19. V.E. Cherkovets, E.A. Azizov, A.I. Markin, N.I., Siromyatnikov, N.N. Ryazantseva, L.A. Rivkis. The investigation of tritium contamination of termonuclear materials surface using nonuniform magnetic systems. Fusion Science and Technology, V. 48, № 1, ISSN: 1536-1055, July/August 2005, P. 374-377.
 20. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, Ю.Г. Гендель, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников. Визуализация микроисточников α -, β -радиоактивных излучателей. Сборник докладов 8-ой Всероссийской (международной) научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул", 6 – 10 октября, 2003, Звенигород, С. 236-241.
 21. Черковец В.Е., Азизов Э.А., Гендель Ю.Г., Маркин А.И., Сыромятников Н.И. Визуализация микроисточников α -, β -радиоактивных излучателей. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов. Теоретические и экспериментальные

- исследования, выполненные в 2003 году. Сборник трудов. Вып. 3, Троицк 2004г., С. 51-56.
22. А.И. Маркин, В.Е. Черковец, Ю.Г. Гендель, Н.И. Сыромятников, Ю.Н. Демченко. Магнитный микроскоп для исследования поверхностей и структуры α -, β -радиоактивных материалов. Вопросы атомной науки и техники; материаловедение и новые материалы. Вып. 2(62), 2004, С. 463-468.
 23. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, В.В. Гушин, Е.В. Дмитриевская, Л.А. Ривкис. Измерение параметров диффузии изотопов водорода при насыщении образцов для моделирования диффузионных процессов. Вопросы атомной науки и техники. Серия: материаловедение и новые материалы. Вып. 1(66), 2006, С. 380-386.
 24. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, В.В. Гушин, Л.А. Ривкис. Измерение параметров диффузии изотопов водорода в металлах. Сборник докладов X-ой Всероссийской (международной) научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул", 3 – 7 октября, Звенигород, 2005, С. 238-243.
 25. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников. Исследование насыщения тритием термоядерных материалов. Сборник докладов IX-ой Всероссийской (международной) научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул" ЦНИИАТОМИНФОРМ, 4 – 8 октября, 2004, Звенигород, С. 154-158.
 26. А.И. Маркин, Э.А. Азизов, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец. Насыщение, диффузия и распределение водорода в металлах. Доклады АН, 2007, Т. 414, № 6, С. 752-755.
 27. A.N. Perevezentsev, L.A. Rivkis, A.I. Markin et al. Study of tritium distribution in various metals. Fusion Science and Technology, V. 48, №. 1, ISSN: 1536-1055, July/August 2005, P. 208-211.
 28. A.N. Perevezentsev, A.C. Bell, L.A. Rivkis, Y. Torikai, A.I. Markin et al. Comparative study of the tritium distribution in metals. Journal of Nuclear Materials, V. 372, issues 2-3, 31 January 2008, P. 263-276.
 29. А.И. Маркин, Э.А. Азизов, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец. Изотопная диффузия водорода в металлах. Сборник докладов XII-ой Международной научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул", Звенигород, 31 марта - 4 апреля 2008, С. 373-378.

30. А.И. Маркин, Э.А. Азизов, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец, Е.В. Тараскина. Изотопная диффузия, насыщение и детритизация водорода в нержавеющей стали. Сборник докладов XI-ой Всероссийской (международной) научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул", 11 – 15 декабря, Звенигород, 2006, С. 231-235.
31. Азизов Э.А., Маркин А.И., Сыромятников Н.И., Черковец В.Е. Создание компактных накопителей водорода, основанных на принципе насыщения металлов с положительной энергией активации. Тяжелое машиностроение, ISSN 0131-1336, декабрь 12/2006, С. 10-13.
32. Э.А. Азизов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец. Патент на изобретение «Аккумулятор водорода» RU 2321796 С1. Заявка № 2006130652. Приоритет изобретения 25 августа 2006г. Зарегистрировано в Госреестре изобретений РФ 10 апреля 2008г. Опубликовано: 10.04.2008, Бюл. № 10.
33. А.И. Маркин. Изучение распределения межзеренного потока водорода в поликристаллических структурах. ГНЦ РФ ТРИНИТИ. Отделение физики токамаков-реакторов. Теоретические и экспериментальные исследования, выполненные в 2007 году. Сборник трудов. Вып. , Троицк 2007г., С. 127-130.
34. А.И. Маркин, Э.А. Азизов, Н.И. Сыромятников, В.Е. Черковец, Л.А. Ривкис, А.А. Семёнов, И.Г. Прыкина. Исследование изотопной диффузии в нержавеющей стали. Инженерная физика, № 3, 2008, С. 16-19.
35. A.I. Markin, E.A. Azizov, N.I. Siromyatnikov, V.E. Cherkovets, L.A. Rivkis et al. Reseach of the tritium saturation, isotope diffusion and decontamination of stainless steel using magnetic microscopy. Fusion Science and Technology, V. 54, №. 2, August 2008, P. 489-492.
36. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, Ф.К. Косырев, В.Г. Наумов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников. Исследование взаимодействия лазерного излучения с поверхностью нержавеющей стали, насыщенной тритием. Сборник докладов X-ой Всероссийской (международной) научной конференции "Физико-химические процессы при селекции атомов и молекул", 3 – 7 октября, Звенигород, 2005, С. 245-250.
37. В.Е. Черковец, Э.А. Азизов, Ф.К. Косырев, В.Г. Наумов, А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников. Дезактивация методом лазерного облучения поверхности нержавеющей стали, насыщенной тритием. Вопросы атомной науки и техники. Серия:

- материаловедение и новые материалы. Вып. 2(67), 2006, С. 356-361.
38. Ю.Г. Гендель, А.И. Маркин, В.Е. Черковец. Исследование электронной эмиссии металлов и диэлектриков под воздействием продуктов распада ^{237}Np . Материалы 15-ой международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью» ВИП-2001, 27-31 августа, Звенигород, Россия, С. 455-458.
 39. А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников, А.М. Белов. Диагностика трития в термоядерном реакторе. Физика плазмы, №5, 2010 г., с.473-477.
 40. А.И. Маркин, В.Е. Черковец, Н.И. Сыромятников. Моделирование оптимальных условий хранения трития, ISSN 1028-978X Перспективные материалы, специальный выпуск (8) февраль, 2010, с.387-391.
 41. А.И. Маркин, Н.И. Сыромятников. Регистрация трития в термоядерном реакторе. ISSN 1028-978X Перспективные материалы, специальный выпуск (8) февраль, 2010, с.63-68.