

# ZrCo/Ti 储氚复合膜的制备及性能研究

包锦春<sup>1</sup>, 寇化秦<sup>2</sup>, 陈 镐<sup>1</sup>, 黄 旭<sup>2</sup>, 桑 革<sup>2</sup>, 叶荣兴<sup>2</sup>

(1. 中国工程物理研究院 材料研究所, 四川 江油 621907)

(2. 表面物理与化学重点实验室, 四川 江油 621908)

**摘 要:** 利用磁控溅射成功制备了 Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 多层复合薄膜, 研究了复合薄膜的微观结构与贮氢性能, 深入探讨了所制备复合膜作为氚中子发生器氚靶部件的应用可能性。结果表明, 所制备的多层复合薄膜是由 ZrCo 相和 Ti 相组成, 各膜层间的界面清晰可辨。相比 ZrCo 等单层薄膜, 夹层 Ti 的引入不仅显著提升了复合薄膜的吸氢量, 还使薄膜氢化物具有较高的稳定性。更可喜的是所制备 ZrCo/Ti 储氚复合膜未发生明显歧化反应。本工作所构建的 ZrCo、Ti 相互交替的多层复合膜结构, 拓展了 ZrCo 合金的应用领域, 可为高容量、高热稳定性新型复合膜氚靶材料的设计开发提供重要参考。

**关键词:** ZrCo 合金; 氚靶; 复合薄膜; 储氚; 歧化

**中图分类号:** TB43

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2021)11-4113-06

中子的发现和应用被认为是 21 世纪最重要的科学成就之一, 为核能的开发利用开辟了新的篇章<sup>[1,2]</sup>。然而自然界并不存在天然的中子, 中子的产生主要依赖人工核反应。产生中子的装置主要分为: 同位素中子源、反应堆中子源和加速器中子源<sup>[3]</sup>。相比之下, 加速器中子源中子产额高, 且可在很宽的能量范围内获得各种单能中子, 被广泛应用于各个领域。特别是氚中子发生器所产生的 14 MeV 单能中子与国际热核聚变实验堆 ITER 所产生的中子种类和能量相同, 可用于聚变堆部件和材料的实验研究<sup>[4-6]</sup>。有望为聚变实验堆的设计提供重要技术支撑。

氚中子发生器是利用加速氘核轰击氚靶引发氘氚聚变产生高能中子的装置, 氚靶片是中子发生器的关键部件之一, 直接关系到中子产额、单色性、中子管寿命等。氚靶一般分为两层, 底层为衬底, 上层为储氚薄膜<sup>[3]</sup>。衬底一般选用高导热性的锆铬铜合金或钼合金, 储氚薄膜一般选用具有储氚密度高、室温下吸附/脱附平台低、热稳定性低的材料。Ti 是一种优异的氚储存材料, 其储氚密度极高, 室温下平衡离解压仅为  $10^{-5}$  Pa, 且具有良好的热稳定性。因此, 成为目前使用最为广泛的氚靶氚储存材料<sup>[7-9]</sup>。然而, 广泛使用的钛靶活化复杂、室温吸氚能力低、固氚能力差<sup>[10]</sup>。此外, 钛膜极易氧化, 表面易形成  $TiO_2$  钝化层, 阻碍氚的吸收。当涉及氚的操作时,

这些问题变得尤为严峻。因此有必要开发一种新型氚靶片以替代氚钛靶。

ZrCo 合金作为另一种优异的氚储存材料, 不仅具有活化相对简单、吸氢温度低(室温饱和吸氢)、固氚能力强等优势, 还具有 Ti 的一些优点, 如较大的储氚密度、室温极低的吸附平台等<sup>[11-15]</sup>。因此, 使其成为潜在的氚靶材料。然而, ZrCo 合金热稳定性较差, 且极易歧化, 这严重限制了 ZrCo 合金的实际应用<sup>[16-19]</sup>。前期, 作者系统地研究了 ZrCo 合金作为氚靶材料的可能性。结果表明: ZrCo 薄膜吸氢量较低, 后进一步调节和优化 ZrCo 薄膜的组成和微观结构, 一方面引入 Ti 元素构建  $Zr_{1-x}Ti_xCo$  薄膜, 实现了更高的吸氢能力, 但热稳定性较差(500 °C 时约有 80% 逸出)。另一方面引入 Ti 层构建 ZrCo/Ti 双层膜, 获得了极高的储氢能力(1.86%), 同时还具有较高的热稳定性(500 °C 时约有 15.7% 逸出)。更可喜的是, 所制备的所有薄膜都未发生明显的歧化<sup>[20]</sup>。根据前期研究, Ti 元素从体相或者表面引入 ZrCo 均在一定程度上增加了 ZrCo 的吸氢能力, 且 Ti 以表面薄膜覆盖于 ZrCo 基体上增加了复合薄膜的热稳定性。但是, 由于 ZrCo/Ti 双层复合薄膜 Ti 层所占比例较低, 导致 ZrCo/Ti 双层复合薄膜吸氢储氢容量跟 Ti 靶相比, 相差甚远。为此, 计划通过增加 Ti 层比例来提高复合薄膜的吸氢容量, 如果在 ZrCo/Ti 双层膜的基础上直接增

收稿日期: 2021-07-06

基金项目: 中国工程物理研究院院长基金(YZJLX2017008); 国家自然科学基金(51901213, 51731002, 21573200); 国家重点研发计划(2017YFE0301505)

作者简介: 包锦春, 男, 1991 年生, 硕士生, 中国工程物理研究院材料研究所, 四川 江油 621907, 电话: 0816-3626416, E-mail: baojincom@163.com

加 Ti 层厚度, Ti 层厚度的过度增加可能导致复合薄膜呈现出与纯 Ti 靶相似的性质, 比如难以活化、固氮性能差等。因此, 引出构筑 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 多层薄膜的想法, 这种结构的复合膜, 首先可以通过调整 ZrCo 层与 Ti 层的相对厚度来实现储氢容量的调控, 其次, 多层膜之间的界面为氢原子扩散提供更多快速通道, 有助于薄膜快速吸氢。因此, 在前期工作基础上, 首先构筑了 Ti/ZrCo/Ti 类“三明治”结构的复合膜, 并研究了其结构与储氢性能, 随后进一步拓展研究了 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 4 层复合薄膜的微观结构与储氢性能。在大幅度提升复合薄膜吸氢容量的同时, 还很大程度上保留了复合薄膜的热稳定性。

### 1 实验

Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的制备是由三靶位直流磁控溅射仪完成。薄膜沉积的示意图如图 1 所示, 沉积样品时所用的基底为单面抛光单晶硅片((111)面), ZrCo 层膜和 Ti 层膜的沉积分别由 ZrCo 合金靶、Ti 靶(Alfa Aesar, 纯度 99.995%, 25 mm×2 mm)磁控溅射完成, 沉积温度为 800 °C, 本底真空≤10<sup>-6</sup> Pa, 溅射功率 16 W, 沉积压力 1.2 Pa。每次沉积前预打靶 15 min 除去靶材表面污垢, 后开始正式镀膜。Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的各膜层沉积时间均为 30 min。

薄膜样品的相结构由 X 射线衍射仪(XRD, TD3500, Fe K $\alpha$  辐射, 30 kV, 40 mA)表征, XRD 衍射谱 2 $\theta$  测试范围为 20°~90°, 扫描步长为 0.03°, 步进时间为 0.6 s。采用扫描电子显微镜(SEM, Ultra55, CARL ZEISSNTS GmbH)和能谱分析仪(EDS)完成样品的表截面形貌表征以及元素组成分析。

#### 1.3 贮氢性能测试

由于氚价格昂贵, 且具有放射性, 因此采用氢气模拟氚进行贮氢性能测试。样品的活化处理以及吸/放氢

等贮氢性能测试在经过标定后的 Sievert 型测试装置上进行。样品活化处理的方法为: 500 °C 抽真空 1 h, 100 °C、0.08 MPa 下吸氢, 500 °C 抽真空放氢。样品经活化处理后直接进行等温吸氢测试, 吸氢压力范围为 0.06~0.09 MPa, 吸氢温度为室温。样品氢化后, 将氢化物以 5 °C/min 的升温速率从室温加热至 500 °C 进行氢化物稳定性测试。随后, 样品在 500 °C 下保温 60 min 进行等温歧化性能测试, 在吸氢动力学和氢化物稳定性测试中, 样品的吸/放氢量通过系统内氢压的变化换算得到。氢压随时间变化的函数从室温下开始记录直至保温阶段结束。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合膜的微观结构

为考察采用 ZrCo 合金靶磁控溅射制备 ZrCo 合金层的可靠性, 首先, 在硅基片上沉积 1 h 的 ZrCo 单层薄膜。通过 XRD 分析了其相组成。结果如图 2 所示, 所沉积 ZrCo 单层薄膜都为 ZrCo 相, 无杂质相。结果证明, 本实验方法可成功制备 ZrCo 合金层。通过切换靶材种类, 交替沉积 Ti 层与 ZrCo 层, 制备 Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜, 通过 XRD 分析(如图 2)可知, Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜由 ZrCo 相和 Ti 相组成。相比 ZrCo 单层薄膜, 三层复合膜 ZrCo 相存在(100)择优取向。除此之外, Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜还包含 Ti 相的三强衍射峰。物相分析结果表明, 薄膜是由 ZrCo 相和 Ti 相组成, 并无其他杂相。为进一步考察复合薄膜的微观形貌, 采用 SEM 对样品截面进行了表征, 结果如图 3a 所示。从图中可以清晰地看到, Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜样品由 3 层膜组成, 相界面清晰, 界面平直, 形成了类“三明治”夹层结构。结合 XRD 分析结果以及薄膜各层沉积顺序可以判断, 从图的左至右分别为 Ti 层、ZrCo 层、Ti 层, 厚度分别为 163、237、125 nm, Ti/ZrCo/Ti 薄膜样品的总厚度为 525 nm。图 3b

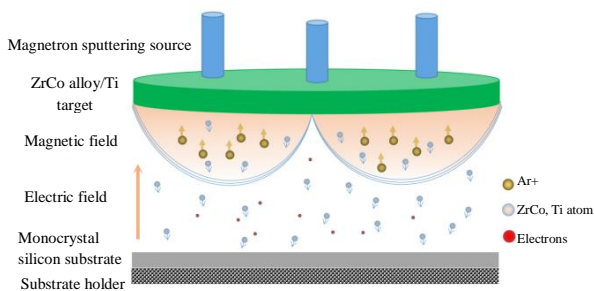


图 1 薄膜沉积的示意图

Fig.1 Schematic diagram for the deposition of film

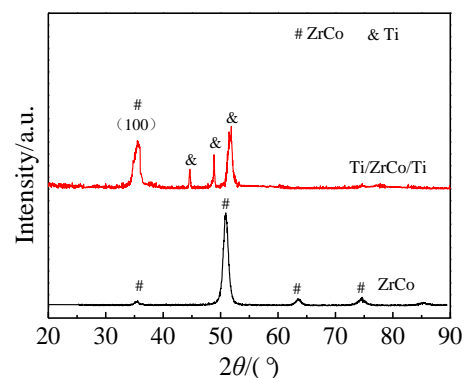


图 2 Ti/ZrCo/Ti 和 ZrCo 薄膜样品 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of Ti/ZrCo/Ti and ZrCo thin film samples

为 Ti/ZrCo/Ti 三层薄膜的表面 SEM 形貌。由图可见, 样品表面由大量颗粒组成, 颗粒为任意多边形形状, 粒径为 100~200 nm。

采用相同的方法制备 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 四层复合膜, 通过 XRD 分析了该复合膜的相组成, 结果如图 4a 所示。所制备四层复合薄膜同样由 ZrCo 相和 Ti 相组成, 无杂质相。其中 ZrCo 相同样存在 (100) 的择优取向。此外, Ti 衍射峰明显。表明所制备四层膜确由 ZrCo 和 Ti 组成。为进一步观察 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜样品层间的微观形貌, 采用 SEM 对样品截面进行了表征, 结果如图 4b 所示。从图中可以清晰地看到, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 薄膜

样品由四层膜组成, 层间界面清晰, 界面平整。从图的左至右各层薄膜厚度分别为 204、255、300、303 nm, 总厚度为 1.062  $\mu\text{m}$ 。采用 EDS 对 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜样品的截面进行 EDS 元素线扫描。结果如图 4c 所示, Ti 元素的变化趋势为先增加、后减小、再增加, 形成了近似“驼峰”形状的曲线, 说明四层薄膜中颜色偏深的为 Ti 层。虽然 Zr、Co 元素的信号较弱, 但从放大的 Zr 元素谱线(图中右下角)可看出, Zr 元素也有近似“驼峰”状的含量变化曲线, 同时与 Ti 元素含量曲线的变化趋势互补。结合薄膜沉积顺序以及上述 XRD、SEM 以及 EDS 分析可以证实, 四层薄膜颜色偏浅的部

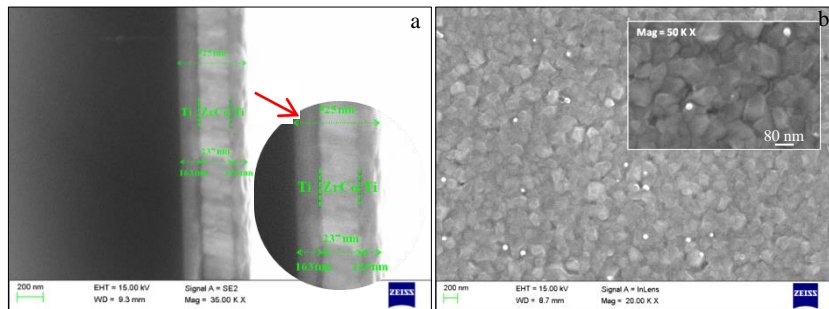


图 3 Ti/ZrCo/Ti 薄膜样品截面和表面 SEM 形貌

Fig.3 SEM morphologies of cross-section (a) and surface (b) for Ti/ZrCo/Ti thin film sample

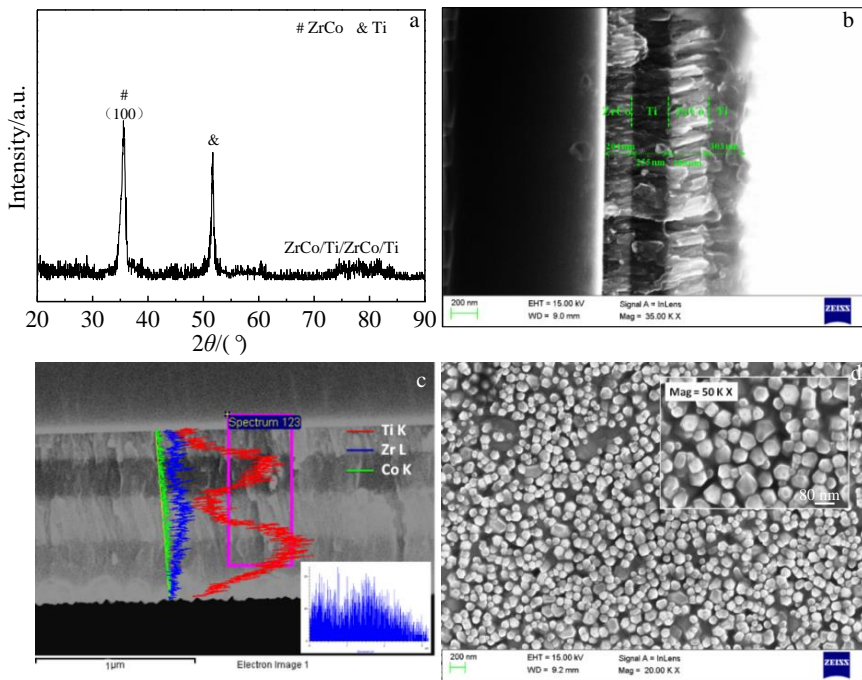


图 4 Ti/ZrCo/Ti 薄膜样品 XRD 图谱, 样品截面和表面 SEM 形貌及对应截面的 EDS 元素线扫描

Fig.4 XRD pattern (a); SEM morphologies of cross-section (b) and surface (d); EDS element linear scanning of cross-section (c) for Ti/ZrCo/Ti thin film sample

分为 ZrCo 层, 其与 Ti 层交替形成 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 四层薄膜。根据上述分析, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 薄膜样品的表层为 Ti 层。表面 SEM 形貌表明(图 4d), 表面的 Ti 层由大量的颗粒组成, 颗粒的直径为 50~100 nm。对比图 2 中三层膜的表面 SEM 形貌, 四层膜表面的颗粒相对比较疏松, 这是由于四层膜整体较厚, 薄膜轴向生长较快, 而横向生长较慢所致。

2.2 Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合膜贮氢性能

综上所述, 通过 Ti 层 ZrCo 层交替沉积的方法, 成功构建了类“三明治”结构 Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜, 相较于 ZrCo/Ti 复合膜, Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜 Ti 层厚度明显增加。为了进一步评价 Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的吸氢能力, 将样品装入反应器并在 Sievert 型测试装置上进行等温吸氢测试, 吸氢温度为室温。测试结果如图 5a 所示, 结果表明: Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜具有较高的吸氢量和吸氢速率, 室温的吸氢量(质量分数)高达 3.92%。相比之下, Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的吸氢量远高于 ZrCo、Zr<sub>1-x</sub>Ti<sub>x</sub>Co 单层膜和 ZrCo/Ti 双层薄膜。这是由于 Ti 层厚度增加导致 Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜中 Ti 的相对含量增加, 而单质 Ti 本身是优异的吸氢材料, 其块体状态下的理论储氢质量分数高达 4%, 因此 Ti 相对含量的增加导致了 Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的吸氢容量的提升。为考察薄膜氢化物的热稳定性, 将氢化后的薄膜以 5 °C/min 的升温速率从室温加热至 500 °C 进行连续升温放氢测试, 并在 500 °C 下保温 60 min 进行等温歧化性能测试, 实验结果如图 5b 所示, Ti/ZrCo/Ti 薄膜 2.5 h 放氢质量分数仅为 0.845%。约占总吸氢量的 21.5%, 表明所制备 Ti/ZrCo/Ti 复合膜具有较为优异的热稳定性。同时, 在 500 °C 保温阶段时, 未出现 ZrCo 歧化产生的典型氢压降低的现象, 这表明 Ti/ZrCo/Ti 复合膜未发生明显歧化反应。这主要来自两方面的原因, 一方面, 沉积薄膜粒径较小, 晶粒细化导致易歧化 H 原子所占据的 8e 或 8f<sub>2</sub> 位置晶格间隙

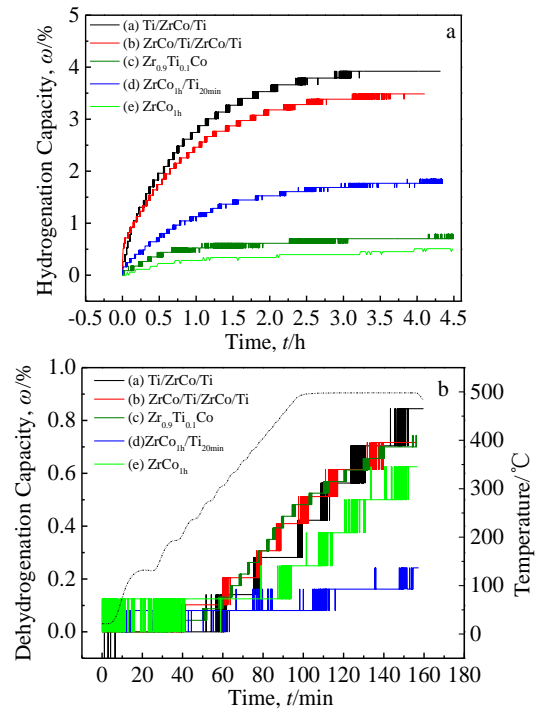


图 5 Ti/ZrCo/Ti 和 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 薄膜的吸氢曲线和氢化物热稳定性曲线

Fig.5 Hydrogen absorption curves Ti/ZrCo/Ti and ZrCo/Ti/ZrCo/Ti films (a) and thermal stability curves of the hydrogenated Ti/ZrCo/Ti and ZrCo/Ti/ZrCo/Ti films (b)

减小, 使歧化占位减小, 抗歧化性能提高。另一方面, 复合薄膜放氢压力较低, 即使 500 °C 高温下, 由于氢压过低, 歧化反应也难以发生。

采用交替沉积手段, 同样成功构建了 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 四层复合薄膜。为考察 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的吸氢性能, 将制备的样品装入反应器, 并接入 Sievert 型测试装置进行吸氢测试。由图 5a 和表 1 可知, 该薄膜样品吸氢量可达 3.48%, 相较于 ZrCo、

表 1 ZrCo/Ti 基储氚薄膜吸氢性能及热稳定性对比

Table 1 Comparison of hydrogen absorption performance and thermal stability of ZrCo/Ti based tritium storage thin films

Film sample	Deposition time/h	Hydrogenation capacity,		Dehydrogenation capacity,	
		$\omega/\%$	$\omega/\%$	$\omega/\%$	(Hydrogenation/dehydrogenation)/%
ZrCo <sub>1h</sub> <sup>[20]</sup>	1	0.79	0.63		80.0
Zr <sub>0.9</sub> Ti <sub>0.1</sub> Co <sup>[20]</sup>	1	0.79	0.70		88.6
Zr <sub>0.8</sub> Ti <sub>0.2</sub> Co <sup>[20]</sup>	1	0.68	0.60		88.1
Zr <sub>0.7</sub> Ti <sub>0.3</sub> Co <sup>[20]</sup>	1	0.73	0.62		84.5
ZrCo/Ti <sup>[20]</sup>	1+1/3	1.85	0.22		11.9
Ti/ZrCo/Ti	0.5+0.5+0.5	3.92	0.845		21.5
ZrCo/Ti/ZrCo/Ti	0.5+0.5+0.5+0.5	3.48	0.71		20.5



Zr<sub>0.9</sub>Ti<sub>0.1</sub>Co 单层膜和 ZrCo/Ti 可知, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 四层薄膜样品具有更高的吸氢量, 主要原因是 Ti 薄膜层的存在以及含量的增加导致吸氢量增大。但吸氢量略低于 Ti/ZrCo/Ti 复合膜, 这是因为 ZrCo 的吸氢量比 Ti 的低, 增加 ZrCo 膜层后降低了整体的吸氢量。为进一步考察 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜的热稳定性, 将氢化后的薄膜样品以 5 °C/min 的升温速率从室温加热至 500 °C 进行连续升温放氢测试。随后, 样品在 500 °C 下保温 60 min 进行等温歧化性能测试, 如图 5b 所示。四层薄膜样品的放氢量仅为 0.71%, 仅为放氢量的 20.5%, 具有优异的热稳定性。这是因为 Ti 氢化物较稳定, 500 °C 下未能引起显著放氢, 由于在多层膜中夹杂着稳定的钛氢化物“陷阱”, 进一步导致 ZrCo 薄膜层放氢得到抑制。同时, 500 °C 等温放氢可以发现, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜样品未出现氢压降低的现象, 说明 ZrCo 未发生明显歧化反应。

值得注意的是, 由于纯 Ti 吸氢动力学较差, 室温常压下只会溶解很微量的氢, 吸氢往往需要较高的温度 (320 °C 以上)。因此, 氚靶在实际吸氚时极易发生高温氚泄漏, 造成环境污染和资源浪费。而本工作所制备的 Ti/ZrCo/Ti 和 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜经活化后, 室温即可吸氢, 可避免由于高温所引起的氚泄漏。复合薄膜室温吸氢是因为 ZrCo 吸氢动力学优异, 经活化后 ZrCo 室温即可饱和吸氢。如图 6 所示, 复合薄膜吸氢过程中, H<sub>2</sub> 首先在 ZrCo 层表面吸附, 后分解为 2 个氢原子向 ZrCo 层内部扩散。随着 ZrCo 内部氢原子的增加, 一部分氢在 ZrCo 中形成固溶体, 另一部分氢在 ZrCo 和 Ti 界面的界面自由能<sup>[21,22]</sup>、弹性作用协同机制<sup>[23,24]</sup>等作用向下向 Ti 层迁移。随着外部氢不断向内部扩散, 直至 ZrCo 和 Ti 层吸氢饱和。Ti/ZrCo/Ti 和 ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 吸氢曲线也从侧面印证了这一点, 如图 7 所示, 吸氢前 9 min, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 吸氢速率大于 Ti/ZrCo/Ti, 表明增加 ZrCo 层后薄膜初始吸氢速率加快, 证实吸氢开始几分钟内 H<sub>2</sub> 首先被 ZrCo 层吸收。该项工作所构建的 ZrCo、Ti 相互交替的多层复合膜结构可为高容量、高热稳定性氚靶材的设计策略提供重要参考。

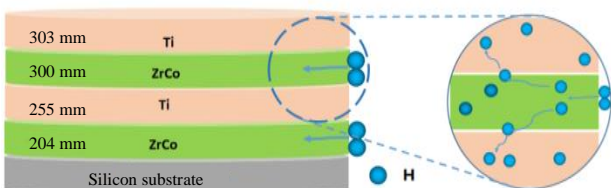


图 6 吸氢示意图

Fig.6 Schematic diagram of hydrogen absorption

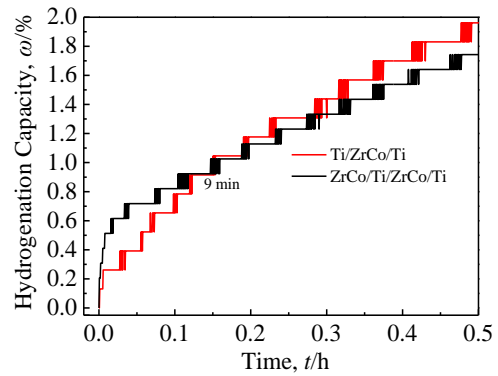


图 7 初始阶段吸氢曲线

Fig.7 Initial hydrogen absorption curves

### 3 结 论

1) 通过磁控溅射制备了 Ti/ZrCo/Ti、ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 复合薄膜, Ti 膜层镶嵌对 ZrCo 基复合薄膜微观结构及贮氚性能的影响表明, 所制备复合膜均由 ZrCo 相和 Ti 相组成, 各膜层间的层界清晰可辨。

2) Ti 膜层镶嵌不仅可显著提升复合膜的吸氢量 (Ti/ZrCo/Ti 室温吸氢质量分数高达 3.92%, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti 室温吸氢质量分数可达 3.48%), 而且较大程度保留了复合薄膜氢化物的稳定性 (500 °C 放氢量仅为总吸氢量的 21.5%, 20.5%), 且在 500 °C 等温放氢过程中未出现明显歧化现象。

#### 参考文献 References

- [1] Csikai J. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*[J], 1989, 280(2-3): 233
- [2] Marques F M, Labiche M. *Physical Review C*[J], 2002, 65(4): 044 006
- [3] Heenan R K, Penfold J, King S M. *Journal of Applied Crystallography*[J], 1997, 30: 1140
- [4] Klixa A, Domula A, Fischer U *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2011, 86: 2322
- [5] Kovalchuk V D, Mostovoy V V, Tereshkin V I *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 1998, 43: 343
- [6] Markovskij D V, Forrest R A, Kovalchuk V D *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2001, 58-59: 591
- [7] Takasaki A, Kelton K F. *International Journal Hydrogen Energy*[J], 2006, 31(2): 183
- [8] Cheng Y F, Song S X, Ma H H *et al. International Journal Hydrogen Energy*[J], 2019, 44(21): 11 145
- [9] Liu Yang(刘洋), Yang Tao(杨涛), Wang Xuan(王旋) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],

- 2017, 46(6): 1731
- [10] Liu H, He P, Feng J C. *International Journal Hydrogen Energy* [J], 2009, 34(7): 3018
- [11] Jat R A, Parida S C, Nuwad J *et al. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*[J], 2013, 112(1): 37
- [12] Penzhorn R D, Devillers M, Sirch M. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1990, 170(3): 217
- [13] Kou H Q, Luo W H. *International Journal Hydrogen Energy*[J], 2018, 43(33): 16 169
- [14] Shim M H, Chung H, Paek S *et al. Journal of the Korean Physical Society*[J], 2006, 49: S369
- [15] Wang L S, Ding J, Huang X *et al. International Journal of Hydrogen Energy*[J], 2018, 43(29): 13 328
- [16] Konishi S, Nagasaki T, Okuno K *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 1995, 223: 294
- [17] Hara M, Okabe T, Mori K *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2000, 49: 831
- [18] Devillers M, Sirch M, Penzhorn R. *Chemistry of Materials*[J], 1992, 4: 631
- [19] Watanabe K, Hara M, Matsuyama M *et al. Fusion Technol*[J], 1995, 28(3): 1437
- [20] Luo W H, Kou H Q, Huang X *et al. International Journal of Hydrogen Energy*[J], 2020, 45: 15 530
- [21] Zhang Z J, Jin O, Liu B X. *Physical Review B*[J], 1995, 51: 8076
- [22] Ye S Y, Chan S L I, Ouyang L Z *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 504(2): 497
- [23] Higuchi K, Yamamoto K, Kajioka H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2002, 330-332: 526
- [24] Gautam Y K, Kumar M, Chandra R. *Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 237: 450

## Study on Preparation and Performance of ZrCo/Ti Tritium Storage Composite Film

Bao Jinchun<sup>1</sup>, Kou Huaqin<sup>2</sup>, Chen Hao<sup>1</sup>, Huang Xu<sup>2</sup>, Sang Ge<sup>2</sup>, Ye Rongxing<sup>2</sup>

(1. Institute of Materials, China Academy of Engineering Physics, Jianguo 621907, China)

(2. Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Jianguo 621908, China)

**Abstract:** Ti/ZrCo/Ti, ZrCo/Ti/ZrCo/Ti multilayer composite films were prepared by magnetron sputtering. The micro-structure and hydrogen storage performance of multilayer composite films was studied. The application possibility of the composite membrane as the tritium target of the deuterium tritium neutron generator was discussed in detail. The results show that the prepared multilayer composite film is composed of ZrCo phase and Ti phase, and the interface between the layers is clearly distinguishable. Compared with the ZrCo film, the introduction of the Ti film layer significantly increases the hydrogen absorption of the composite film and retains the stability of the film hydride. At the same time, the disproportionation reaction of ZrCo is significantly suppressed. The alternating composite film of ZrCo layer and Ti layer constructed in this study has high hydrogen absorption capacity and high thermal stability, which extends the application field of ZrCo alloy and provides an important reference for the design and development of new tritium target materials of composite film.

**Key words:** ZrCo alloy; tritium target; composite film; tritium storage; disproportionation

---

Corresponding author: Kou Huaqin, Professor, Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Jianguo 621908, P. R. China, E-mail: kouhuaqin@caep.cn