

ЗАХВАТ ВОДОРОДА И ДЕЙТЕРИЯ В ВОЛЬФРАМЕ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ПЛАЗМЕННЫМ ПУЧКОМ

Б.К. Рахадиллов, М.К. Скаков

Национальный ядерный центр Республики Казахстан,

ул. Красноармейская 2, 071100 Курчатов, Казахстан, rakhadilovb@mail.ru, skakovmk@mail.ru

Работа посвящена изучению накопления водорода и дейтерия, а также исследованию процесса захвата водорода и дейтерия в образцах вольфрама, облученных плазменным пучком. Показано, что после облучения на поверхности наблюдается изменение рельефа в результате неоднородного травления поверхности. При этом степень изменения рельефа и структуры поверхностного слоя облученных образцов зависит от температуры облучения. Были изучены накопление водорода и дейтерия в вольфраме при облучении водородной и дейтериевой плазмой. Проведенный термодесорбционный анализ образцов вольфрама, облученных водородной и дейтериевой плазмой при температуре 1000°C показал, что поверхность вольфрама насыщается дейтерием, а насыщения водородом не наблюдается. Данные, полученные методом эмиссионной спектрометрии и термодесорбционной спектрометрии, показали, что основная доля захваченного дейтерия аккумулируется на глубине до 7 мкм.

Введение

Вольфрам рассматривается в качестве приоритетного материала для использования в диверторной области реактора ИТЕР, благодаря таким качествам, как высокая температура плавления и высокая пороговая энергия физического распыления. Кроме того, рассматриваются вопросы использования вольфрама в термоядерном источнике нейтронов и реакторе ДЕМО [1-4]. На сегодняшний день одним из основных требований к материалам, контактирующим с термоядерной плазмой, является уменьшение содержания трития в этих материалах [5, 6]. Проблема накопления и удержания изотопов водорода в металлах, сплавах и сталях является весьма сложным и многосторонним деградиционным явлением в материалах ядерных реакторов, что требует систематического изучения с учетом современных достижений реакторного материаловедения. Таким образом, исследование накопления изотопов водорода в вольфрамовых материалах при воздействии водородной и дейтериевой плазмы представляет особый интерес для оценки содержания радиоактивного трития в элементах реактора в процессе эксплуатации термоядерной установки.

В связи с вышеизложенным, целью данной работы является изучение накопления дейтерия в вольфрамовых материалах после облучения водородной и дейтериевой плазмой.

Материалы и методы

В соответствии с поставленными задачами в качестве объекта исследования был выбран вольфрам марки ВЧ. Образцы в виде цилиндра диаметром 10 мм и высотой 5 мм, были вырезаны на электроэрозионном станке. Перед облучением образцы шлифовали и полировали. Облучение образцов вольфрама осуществлялось водородной и дейтериевой плазмой с энергией ионов 2 кэВ в течение 180 мин. При этом варьировалась температура мишени. Во время облучения давление в камере составило $2 \cdot 10^{-3}$ Тор.

Облучение образцов водородной плазмой было проведено на установке плазменно-пучкового разряда, имитирующей плазменно-поверхностное взаимодействие Токамака КТМ. Установка плазменно-пучкового разряда была

разработана в поддержку создания и эксплуатации Казахстанского материаловедческого Токамака для испытаний маломасштабных образцов материалов и оборудования КТМ [7].

Исследование микроструктуры образцов вольфрама до и после облучения проводили при помощи оптического микроскопа OLIMPUS BX41M и растрового электронного микроскопа JSM-6390. Для выявления микроструктуры вольфрама использовалось химическое травление в растворе, содержащем 50% плавиковой кислоты и 50% азотной кислоты.

Элементный анализ поверхностного слоя облученного вольфрама определяли методом оптико-эмиссионной спектрометрии на спектрометре тлеющего разряда Profiler HR. Спектрометр эмиссионный тлеющего разряда GD-Profiler предназначен для определения массовой доли элементов в твердых образцах с предварительно отшлифованной поверхностью.

Количество дейтерия и водорода, оставшееся в вольфраме после облучения, было измерено методом термодесорбционной спектрометрии на экспериментальной установке ВИКА. Экспериментальная установка ВИКА позволяет проводить эксперименты по исследованию газовой выделения из различных материалов методом температурно-программируемой десорбции в интервале температур от 390 К до 1750 К с масс-спектрометрической регистрацией выделяющихся газов. Методика проведения исследований заключалась в следующем: вырезанный образец облученного вольфрама обезжиривался, загружался в тигель рабочей камеры экспериментальной установки [8]. После этого проводилась дегазация стенок рабочей камеры при температуре от 473 К до 500 К в течение двух с половиной часов при непрерывной откачке вакуумным магниторазрядным насосом НОРД-250 и турбомолекулярным насосом EXT 75DX. Затем стенки камеры охлаждались до комнатной температуры, и далее уже проводился эксперимент по линейному нагреву исследуемого образца до температуры 1750 К со скоростью нагрева 15 К/мин при постоянной откачке выделяющихся газов из объема рабочей камеры и регистрации парциальных давлений газа в камере. Выделение H_2 и D_2 молекул

измерялось квадрупольным масс-спектрометром RGA-100. При экспериментах были получены временные зависимости изменения парциальных давлений газа в вакуумной камере установки в результате газовой выделения из образцов вольфрама в процессе линейного нагрева исследуемых образцов от 390 К до 1500 К.

Результаты и их обсуждение

Для того чтобы получить такую дефектную структуру образцы вольфрама были облучены водородной плазмой при температурах 700°C, 1000°C и 1500°C. На рисунке 1 показана микроструктура поверхности вольфрама, облученного водородной плазмой при температурах 700°C, 1000°C и 1500°C. Из рисунка видно, что при облучении при $T=700^\circ\text{C}$ на поверхности наблюдается изменение рельефа в результате неоднородного травления поверхности. Образующийся рельеф состоит из хаотически расположенных выступов и впадин различных форм. Развитие рельефа на поверхности вольфрама за счет разных скоростей эрозии соседних участков при плазменном облучении связано с тем, что различными образом ориентированные поверхностные кристаллы характеризуются различными коэффициентами распыления. В образцах вольфрама, облученных при $T=1000$ и 1500°C степень развития рельефа невысокое по сравнению с образцом вольфрама, облученном при $T=700^\circ\text{C}$. Однако в этих образцах наблюдаются мелкие трещины, при этом с ростом температуры размер и количества трещин увеличивается.

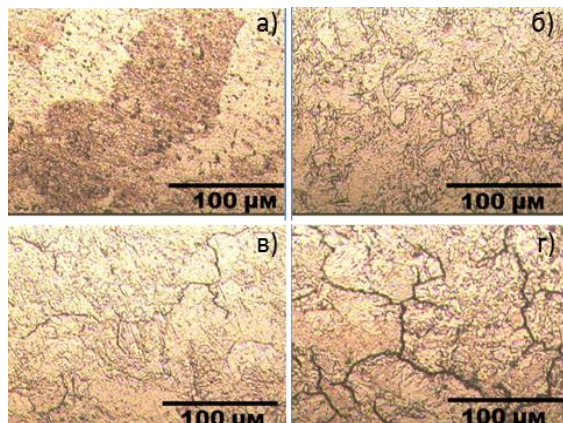


Рис. 1. Микроструктура поверхности вольфрама, облученного водородной плазмой при $T=700^\circ\text{C}$ (а), $T=1000^\circ\text{C}$ (б) и $T=1500^\circ\text{C}$ (в)

Изучение накопления газов в образцах вольфрама при облучении проведены методом термодесорбционной спектроскопии.

На рисунке 2 представлены температурные зависимости выделения H_2 (а.е.м. 2) при нагреве пустого тигля, образца W-H-1 и образца W-D-1 со скоростью 15 К/мин. Анализируя графики газовой выделения H_2 , представленные на рисунке 2, можно отметить, что заметного выделения водорода при нагреве исследуемых образцов не наблюдается, мало того, интегральное фоновое выделение из тигля превышает по величине значение инте-

грального выделения этих газов в экспериментах с образцами. Таким образом, выделение газов H_2 из образцов зафиксировать в ТДС экспериментах не удалось. Это, возможно, связано с тем, что температура облучения высокая, что превышает температуру тигля, при которой происходит максимальное выделение водорода.

На рисунке 2 приведены температурные зависимости газовой выделения дейтерия. Из рисунка видно, что в графике газовой выделения D_2 (а.е.м. 4) присутствует явно выраженный пик, соответствующий выделению D_2 из образца, облученного дейтериевой плазмой, при температуре образца 1223 К. Температура образца вольфрама, при которой происходит максимальное выделение дейтерия, близко к температуре облучения образца.

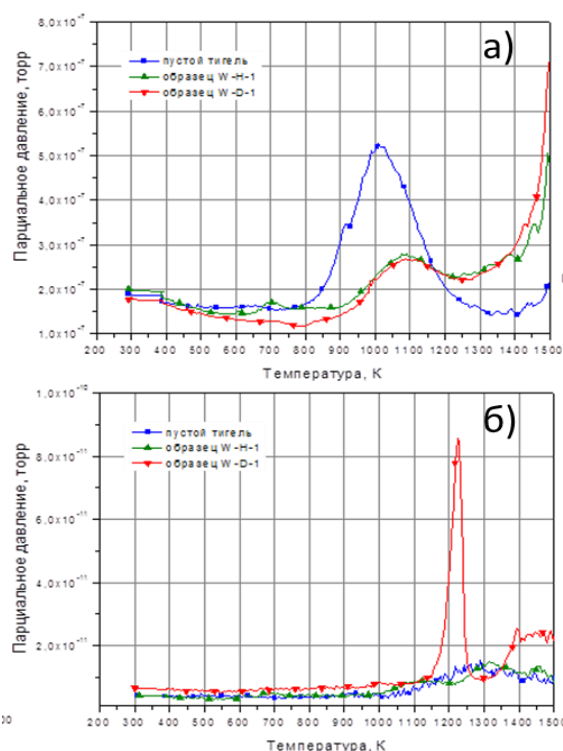


Рис. 2. Зависимость изменения парциального давления водорода (а.е.м 2) (а) и D_2 (а.е.м 4) (б) от температуры тигля (образца) в рабочей камере экспериментальной установки

На рисунке 3 показаны результаты, полученные на оптико-эмиссионном спектрометре. Видно, что в поверхностном слое до глубины 7 мкм накапливается водород. При этом в образцах, облученных дейтериевой плазмой, наблюдается накопление углерода. Как видно из графиков, распределение водорода на глубине 0.2-0.3 мкм наблюдается явно выраженный пик, который связан с накоплением водорода преимущественно у поверхности. Затем происходит спад интенсивности. А у образца вольфрама, облученного дейтериевой плазмой, пик интенсивности наблюдается на глубине 2 мкм, и глубина распределения водорода меньше по сравнению с образцами, облученными водородной плазмой. При этом, учитывая результаты ТДС-анализа, можно предпо-

жить, что наблюдаемый пик водорода соответствует пику дейтерия, так как спектрометр тлеющего разряда не позволяет определять изотопы.

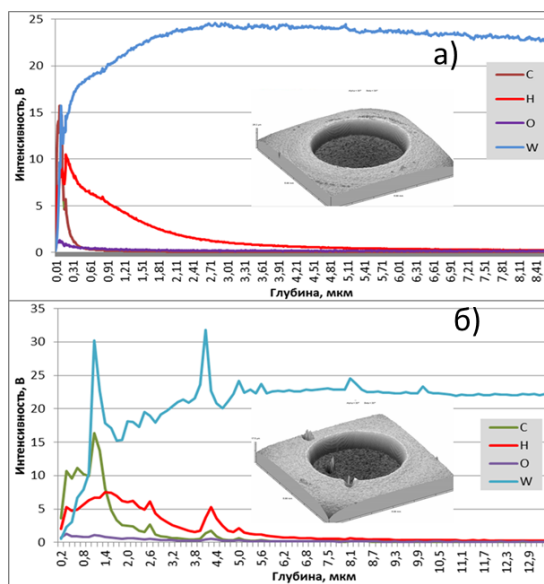


Рис. 3. Прифилы распределения интенсивности выхода водорода для образцов вольфрама, облученных водородной и дейтериевой плазмой

Таким образом, в ходе данного исследования было установлено, что, несмотря на то, что температура облучения близка к температуре максимального газовыделения, в поверхностном слое накапливается дейтерий. Возможно, это связана с дефектной структурой, которая образовалась во время облучения при высоких температурах $T=1000^{\circ}\text{C}$. При такой температуре нагрева в поверхностном слое необлученного вольфрама не накапливается такое количество дейтерия.

Заключение

Таким образом, установлено, что при облучении вольфрама наблюдается изменение рельефа в результате неоднородного травления поверхности. При этом степень изменения рельефа и

структуры поверхностного слоя облученных образцов зависят от температуры облучения. Металлографический анализ показал, что при облучении образцов вольфрама при $T=1000$ и 1500°C степень развития рельефа невысокая по сравнению с образцом вольфрама, облученным при $T=700^{\circ}\text{C}$. Однако на этих образцах наблюдаются мелкие трещины.

В связи с этим, нами были изучены накопление водорода и дейтерия на дефектах в виде мелких трещин, образующихся в вольфраме при высоких температурах облучения водородной и дейтериевой плазмой. Проведенный термодесорбционный анализ образцов вольфрама, облученных водородной и дейтериевой плазмой при температуре 1000°C , показал, что поверхность вольфрама насыщается дейтерием, а насыщения водородом не наблюдается.

Сравнение данных, полученных методами термодесорбционной спектрометрии и оптико-эмиссионной спектрометрии, дает основание полагать, что образовавшаяся во время облучения дефектность структуры приводит к накоплению дейтерия в поверхностном слое вольфрама, не смотря на высокую температуру облучения.

Список литературы

1. Pitts R.A., Carpentier S., Escourbiac F., et al. // J. Nucl. Mater. 2013. V. 438. P. 48-56.
2. Philipps V. Tungsten as material for plasma-facing components in fusion devices. Ibid. 2011. V. 415. S2-S9.
3. Shimada M., Pitts R., Loarte A., et al. ITER research plan of plasma-wall interaction. Ibid. 2009. V. 390-391. P. 282-285.
4. Ueda Y., Coenen J.W., De Temmerman G., et al. Research status and issues of tungsten plasma facing materials for ITER and beyond. Fusion Eng. Des. 2014. V. 89. P. 901-906.
5. Federici G., Skinner C. H., Brooks J. N., et al. // Nucl. Fusion. 2001. V. 41. P. 1967.
6. Tobita K., Nishio S., Enoeda M., et al. // Fusion Eng. Des. 2006. V. 81. P. 1151.
7. Kurnaev V., Kolodeshnikov A., Tulenbergenov T., Sokolov I. Investigation of plasma-surface interaction at plasma beam facilities // Journal of Nuclear Materials. 2015. V. 463. P. 228-232.
8. Кульсартов Т.В., Тажибаева И.Л., Гордиенко Ю.Н., и др. // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. 2014. № 2. С. 27-37.

CAPTURE OF HYDROGEN AND DEUTERIUM IN TUNGSTEN WHEN IRRADIATION WITH PLASMA BEAM

B.K. Rakhadilov, M.K. Skakov

National Nuclear Center, 071100 Kurchatov, Kazakhstan, rakhadilovb@mail.ru, skakovmk@mail.ru

The paper devotes to study of hydrogen and deuterium storage and research of capturing hydrogen and deuterium in tungsten samples irradiated with plasma beam. The paper shows that some changes occur in the surface like relief propagation caused by heterogeneous surface etching after irradiation with hydrogen plasma. Ratio of change in relief and structure of irradiated samples' surface layer herewith depends on the irradiation temperature. Hydrogen and deuterium storage in tungsten have been studied while their irradiation with hydrogen and deuterium plasma. Thermo-desorption analysis of tungsten samples irradiated with hydrogen and deuterium plasma at 1000°C degrees showed that tungsten surface became saturated with deuterium and did not become saturated with hydrogen. Results obtained in Opto-emission spectrometer showed hydrogen accumulation on the surface layer of tungsten samples irradiated with hydrogen and deuterium plasma up to $7\ \mu\text{m}$ deep. In samples herewith, irradiated with hydrogen plasma at the depth of $0,2-0,3\ \mu\text{m}$ there is a clearly visible peak related to hydrogen near-surface accumulation. Then the intensity is declined. Tungsten sample irradiated with deuterium plasma, intensity peak is observed at the depth of $2\ \mu\text{m}$; hydrogen distribution depth is smaller than by the samples irradiated with hydrogen plasma. The data obtained by emission spectrometry and thermo-desorption spectrometry verified, that the basic share of captured deuterium is accumulated at the depth of up to $7\ \mu\text{m}$.