

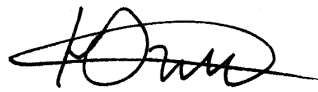
Гаспарян Юрий Микаэлович

**Захват и газовыделение дейтерия при ионном
внедрении в вольфрам**

01.04.08 - физика плазмы

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор:



Москва 2009

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном
университете "МИФИ"

Научный руководитель: доктор физико-математических
наук, профессор Писарев Александр
Александрович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
Шарапов Валерий Михайлович

доктор физико-математических наук,
Мартыненко Юрий Владимирович

Ведущая организация: Высокотехнологический научно-иссле-
довательский институт неорганических
материалов им. Бочвара А.А.

Защита состоится 11 ноября 2009 г. в 14 час. 00 мин. на заседании диссер-
тационного совета Д 212.130.05 в НИЯУ МИФИ по адресу: Москва, 115409,
Каширское шоссе, 31, Корпус К, ауд. К-608.
тел.: 324-84-96, 323-95-26

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МИФИ.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном
экземпляре, заверенный печатью организации.

Автореферат разослан «_____» октября 2009 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



И.В.Евсеев

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Термоядерный синтез является одним из перспективных источников энергии. Исследования по созданию термоядерного реактора (ТЯР) ведутся с начала 50-х годов. Однако, целый ряд проблем не позволил до сих пор достичь желаемого результата. Строящийся в Кадараше (Франция) международный экспериментальный реактор ITER должен продемонстрировать горение дейтерий-тритиевой (ДТ) смеси в течение длительного времени. Промышленные ТЯР должны работать непрерывно в течение нескольких месяцев. В ходе работы из плазмы на стенки реактора будут падать большие потоки ионов, электронов, электро-магнитного излучения, нейтралов перезарядки, а также продуктов термоядерной реакции (нейтронов и альфа-частиц). Помимо постоянных потоков на стенку, в результате срывов плазмы в локализованных областях будут формироваться импульсные потоки частиц, значительно превышающие стационарные значения. Это будет приводить к экстремальным тепловым нагрузкам и эрозии материала. В свою очередь, в плазму со стенки будут поступать потоки тяжелых примесей и изотопов водорода, что приводит к охлаждению плазмы и ухудшению ее параметров и осложняет контроль давления рабочего газа. Все это говорит о том, что выбор обращенных к плазме материалов (ОПМ) и изучение взаимодействия плазмы со стенками реактора являются одними из ключевых моментов на пути создания ТЯР.

Дополнительное требование для материалов в ITER и будущих ТЯР по сравнению с существующими установками накладывает использование ДТ смеси в качестве топлива и, соответственно, захват в ОПМ радиоактивного трития. Ограничение по накоплению трития в ITER составляет на данный момент 700 грамм. Это ограничение ставит под сомнение использование углеродных материалов, которые имеют ряд преимуществ и на сегодняшний день используются в большинстве установок. Наиболее пессимистические прогнозы указывают на то, что при использовании углерода как ОПМ лимит по накоплению трития будет превышен после нескольких разрядов. Основным каналом накопления трития считается химическое распыление с дальнейшим

пересаживанием тритий содержащих летучих соединений на удаленных поверхностях.

Альтернативой углероду в зонах повышенных нагрузок (область дивертора) являются тугоплавкие металлы, такие как вольфрам или молибден. В 2008 году на первой "полностью вольфрамовой" машине ASDEX - Upgrade (IPP, Германия) была показана возможность использования вольфрама в качестве ОПМ. Тугоплавкие металлы имеют повышенную устойчивость к распылению и тепловым нагрузкам и в отличие от углерода не имеют химического распыления ионами водорода. Однако, предельное содержание тяжелых примесей в плазме очень мало и попадание даже небольшого их количества в плазму будет приводить к существенным проблемам, ввиду большого атомного номера. Повышенная эрозия вольфрама может происходить при срывах плазмы. Кроме того, такие срывы могут приводить к растрескиванию вольфрама, и даже отрыву от поверхности макрочастиц и капель материала. Также к минусам можно отнести хрупкость вольфрама при низких температурах, температура перехода из хрупкого состояния в пластичное находится в интервале $T_{DBTT} = 100 - 400^\circ C$ в зависимости от технологии производства. Для устранения этой проблемы рассматривается возможность использования сплавов вольфрама.

В ITER на первом этапе в области дивертора планируется использовать вольфрам и углерод. Углерод будет использован в области максимальных нагрузок. Перед началом работ с тритием возможен переход к полностью вольфрамовому дивертору. Поэтому возможность использования вольфрама активно исследуется в настоящее время, в том числе и вопрос захвата трития в нем. Исследование захвата проводится как в реальных токамаках и плазменных симуляторах, где получают максимально приближенные параметры облучения к ITER, так и в лабораторных стендах с меньшими, но хорошо определенными потоками частиц для измерения фундаментальных параметров и закономерностей, которые помогают предсказать поведение в реальных условиях. Большое внимание уделяется экспериментам со смешанными материалами, которые будут образовываться при использовании вольфрама и углерода за счет перепыления. В большинстве этих экспериментов вместо трития используется дейтерий.

На данный момент проведено достаточно много экспериментов по данной тематике, однако, многие вопросы все еще остаются открытыми, особенно, касающиеся смешанных материалов. Поэтому изучение поведения изотопов водорода в вольфраме чрезвычайно актуально для работ по управляемому термоядерному синтезу.

Цель работы заключалась в:

1. Создании установки для исследования процессов захвата и обратного газовыделения в ходе облучения ионами кэвных энергий и модернизации установки для экспериментов по проницаемости при ионном внедрении;
2. Изучении взаимодействия дейтерия с дефектами в вольфраме и их влияния на захват и обратное газовыделение при ионном внедрении методами ре-эмиссии во время облучения и термодесорбционной спектроскопии после облучения;
3. Исследовании особенностей проницаемости дейтерия через вольфрам при ионном внедрении;
4. Исследовании влияния углеродных пленок на проницаемость ионов дейтерия через вольфрам.

На защиту выносятся следующие результаты, содержащие научную новизну:

1. Результаты радикальной реконструкции установки "Медион", позволившие проводить облучение ионами кэвных энергий, измерение потока ре-эмиссии и термодесорбционный анализ образцов без переноса по атмосфере.
2. Конструкция и результаты испытаний нового мишенного узла установки PERMEX для экспериментов по проницаемости при ионном внедрении, который позволил проводить эксперименты в лучших вакуумных условиях, с однородным пучком, без деградации образца в течение большого количества экспериментов.

3. Экспериментальные данные о влиянии дефектов в вольфраме на поток ре-эмиссии, захват и проницаемость дейтерия в ходе облучения ионами кэвных энергий.
4. Полученные с помощью термодесорбционной спектроскопии данные по эволюции радиационных и производственных дефектов при облучении и отжиге.
5. Впервые зарегистрированные с помощью специальной процедуры облучения и отжига спектры термодесорбции с большим количеством пиков, свидетельствующие о сложном характере взаимодействия дейтерия с дефектами в вольфраме.
6. Впервые полученное в экспериментах по проницаемости подтверждение существования дефектов, энергия выхода из которых составляет порядка 2 эВ и которые играют существенную роль в проницаемости при высоких температурах.
7. Впервые полученные экспериментальные данные по влиянию углеродных пленок на проницаемость дейтерия через вольфрам.

Научная и практическая значимость работы

Созданы современные сверхвысоковакуумные установки, которые позволяют проводить исследования захвата, ре-эмиссии, проницаемости и термодесорбции дейтерия при ионном облучении. Эти установки будут использоваться и в дальнейшем для получения данных о характере взаимодействия изотопов водорода с материалами термоядерных реакторов применительно к программе ITER и российской термоядерной программе.

Результаты проведенных исследований могут найти применение: для оценки накопления, проникающего потока и обратного газовыделения трития из вольфрама в условиях термоядерного реактора с целью оценки перспектив использования вольфрама в качестве обращенного к плазме материала в термоядерном реакторе и для уточнения процедуры предварительной подготовки обращенных к плазме элементов конструкции, изготовленных из вольфрама.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы были представлены на 18-ой международной конференции по взаимодействию плазмы с поверхностью (PSI, 2008, Толедо, Испания), на 9-ом международном симпозиуме по изотопам водорода в материалах термоядерного реактора (2008, Саламанка, Испания), на 11-ом (2007, Грайфсвальд, Германия) и 12-ом (2009, Юлих, Германия) международном симпозиуме по обращенным к плазме материалам и компонентам, на 14-ой международной конференции по материалам для термоядерных реакторов (2009, Саппоро, Япония), на 18-ой и 19-ой международных конференциях "Взаимодействие ионов с поверхностью" (2007, 2009 Звенигород). Всего по результатам исследований опубликовано 14 работ, перечисленных в списке публикаций.

Личный вклад в опубликованных работах заключается в следующем: 1, 9, 11 - проведение экспериментов, обработка данных, моделирование, 2, 6, 7, 10, 12, 13, 14 - проведение экспериментов и анализ экспериментальных данных, 3, 4, 5, - проведение экспериментов и конструирование элементов установки.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Работа содержит 125 страниц машинописного текста, 70 рисунков, 2 таблицы. Список литературы включает 90 наименований.

Содержание работы

Во введении обосновывается актуальность работы, формулируются цели и задачи исследования, представляются основные положения, выносимые на защиту.

Литературный обзор посвящен основным физическим принципам взаимодействия ионов водорода с твердым телом. В обзоре даны основные определения, описаны основные процессы и модели, используемые при анализе взаимодействия ионов водорода с твердым телом. Также рассматриваются особенности взаимодействия водорода с металлами и углеродными материалами, приведены основные экспериментальные данные по захвату и проницаемости водорода через вольфрам, существующие на данный момент.

В главе "Описание установок и методов исследования" представлено описание основных установок и методик, используемых в работе. Основная часть результатов была получена на трех установках. Установка "Медион" (рис. 1) была создана на базе установки 70-х годов, в ходе работы была полностью заменена система откачки, камера измерений и источник ионов, а также произведена автоматизация большей части системы измерения и контроля. Основное достоинство установки - низкое фоновое давление дейтерия в камере взаимодействия в ходе облучения ($< 10^{-9}$ мбар), что позволяет измерять поток ре-эмиссии и проводить термодесорбционные измерения непосредственно в камере взаимодействия. Облучение производится масс-сепарированным пучком ионов с энергией до 10 кэВ, максимальный ток на образец порядка 30 мкА/см². Образец закрепляется на водоохлаждаемых токовводах, что позволяет нагревать образец в ходе облучения, проводить термодесорбционную спектроскопию (ТДС), а также проводить отжиг образца (образец толщиной 50 мкм может быть нагрет до 1750 К).

Часть экспериментов по термодесорбции были сделаны в сверхвысоковакуумном ТДС-стенде, который был также создан при участии автора. ТДС-стенд был сконструирован так, чтобы обеспечить быструю смену образца без ухудшения вакуумных условий в камере измерений и сведению к минимуму потока десорбции с окружающих поверхностей в ходе эксперимента. Установка состоит из основной камеры, в которой постоянно поддерживается сверх-

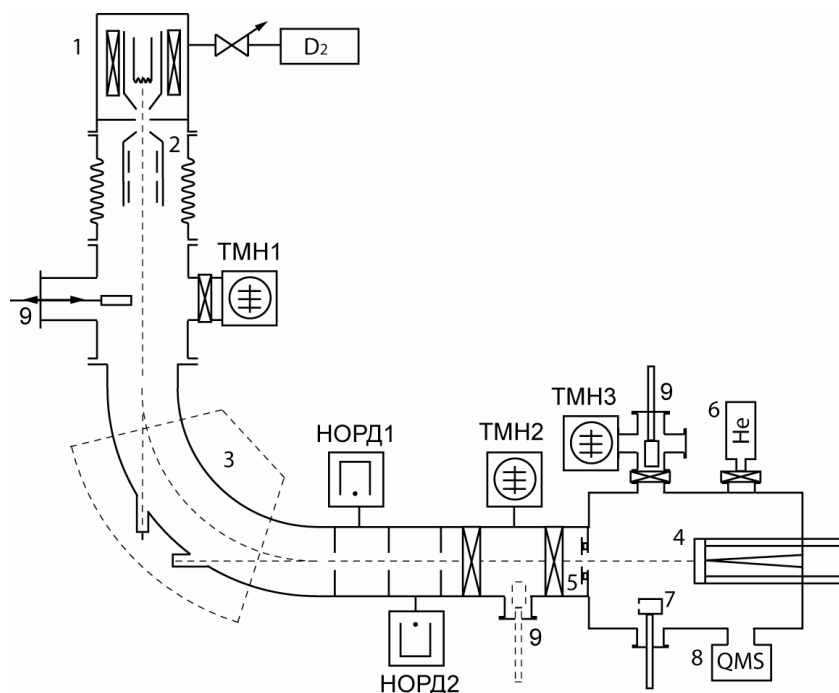


Рис. 1. Принципиальная схема установки "Медион": 1 - источник ионов, 2 - линзовая система, 3 - сепарирующий магнит, 4 - образец, 5 - диафрагма, 6 - гелиевая течь, 7 - цилиндр Фарадея, 8 - квадрупольный масс-спектрометр, 9 - дополнительные вводы движения для измерения тока и облучения образцов

высокий вакуум и проводятся эксперименты по термодесорбции, и шлюзовой камеры для смены образцов. Между собой камеры разделены вакуумным затвором. Образец подвешивается на термопаре к сильфонному вводу движения, с помощью которого осуществляется перенос образца между камерами.

Эксперименты по проницаемости были проведены на установке PERMEX в Институте Физики Плазмы им. Макса Планка (Гархинг, Германия). В ходе работы был переделан мишенный узел установки (рис. 2). Был сконструирован и изготовлен новый держатель мишени с диафрагмой, обрезаящей пучок ионов и расположенной непосредственно вблизи образца, что позволило повысить однородность облучения. Также была добавлена система обдува мишенного узла азотом для предотвращения окисления краев образца, что позволило проводить эксперименты длительное время, а также анализировать поверхность образца после эксперимента.

Дополнительно к основным измерениям в работе проводился анализ образцов с помощью сканирующего электронного микроскопа, атомного силового микроскопа, динамической рентгеновской фото-электрон-

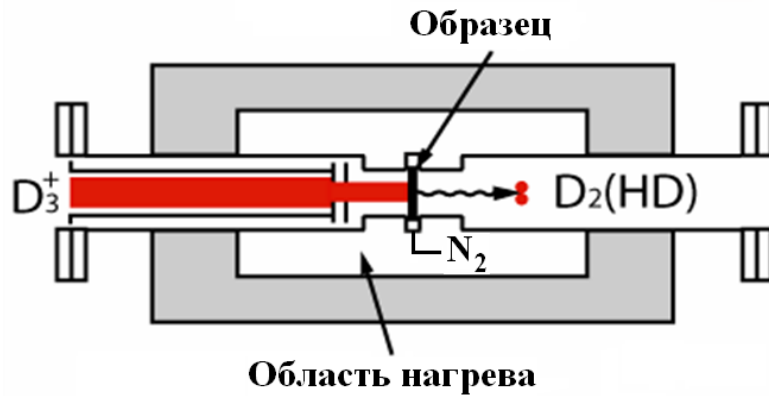


Рис. 2. Схема держателя образца установки PERMEX

ной спектроскопии, вторично-ионной масс-спектрометрии, обратного резерфордовского рассеяния и метода ядерных реакций.

Моделирование экспериментов по проницаемости и термодесорбции проводилось с использованием кода TMAP 7 или аналогичного кода, разработанного в МИФИ на кафедре "физика плазмы". Оба кода производят расчет одномерной задачи диффузии с учетом возможности захвата водорода в дефекты, внедрения ионов и рекомбинации на поверхности. Для расчета профилей внедрения и динамики распыления углеродной пленки на вольфраме были использованы коды TRIM.SP и TRIDYN. Для анализа экспериментов по обратному резерфордовскому рассеянию использовался код SIMNRA.

В главе "Эксперименты по термодесорбции и ре-эмиссии" представлены результаты, полученные на установке "Медион" и ТДС-стенде. Большая часть экспериментов была проведена с образцами вольфрама толщиной 50 мкм, отрезанными от одного листа фольги производства Plansee (Австрия). Из СЭМ изображений поперечного сечения образцов, подготовленных пучком ионов галлия, можно видеть, что зерна в образцах вытянуты вдоль плоскости прокатки, размер поперек направления прокатки 0.1-0.5 мкм, вдоль - порядка 0.5-4 мкм. В объеме образца присутствуют два вида полостей, которые расположены обычно на границах зерен: поры размером порядка 70 нм и "трещины" размером 50 нм в направлении перпендикулярном поверхности образца и порядка микрометра параллельно поверхности. Отжиг образца при температуре свыше 1600 K приводит к рекристаллизации образца. При этом

трещины и большая часть пор исчезают. Исчезает также и направленность зерен. Размер зерен увеличивается до десятков микрометров.

Динамический РФЭС анализ поверхности образцов показал наличие на поверхности слоя оксида толщиной порядка нескольких нанометров. Для удаления оксида образец обычно полировался перед экспериментом электрохимически или алмазной пастой.

Эксперименты показали, что значительная часть дейтерия может десорбироваться в ходе ТДС в составе смешанных молекул (HD , HDO , D_2O), особенно, при малом количестве захваченного дейтерия и при использовании неотожженного образца. Эксперименты, проведенные в ТДС-стенде, с переносом образцов по атмосфере, также демонстрируют несколько большее количество дейтерия, десорбирующееся в составе смешанных молекул.

Поведение потока ре-эмиссии сильно зависело от содержания дефектов в образце. При облучении отожженного образца при комнатной температуре поток ре-эмиссии практически мгновенно достигал 70-80 % от равновесного, после чего медленно рос, достигая насыщения при дозе облучения порядка 10^{22} D/m^2 . Ре-эмиссия из образцов с большим содержанием дефектов (производственных или радиационных) была иной. В начале облучения поток ре-эмиссии был мал, в некоторых случаях наблюдалось небольшое время задержки появления потока ре-эмиссии, в течение которого поток был на уровне фона. Это объясняется, видимо, захватом дейтерия в ловушки, находящиеся в зоне внедрения. После дозы облучения порядка 10^{21} D/m^2 поток ре-эмиссии сравнивался со значением для отожженного образца. Ре-эмиссия дейтерия происходила, в основном, в виде молекул D_2 . Вклад HD , HDO и D_2O в поток ре-эмиссии был мал даже для неотожженных образцов (для которых десорбция в составе смешанных молекул в экспериментах по термодесорбции была велика), что, видимо, объясняется большой концентрацией дейтерия вблизи поверхности в ходе облучения. При остановке облучения поток ре-эмиссии быстро спадает, но не до нулевого уровня. После облучения образца дозой 1.5×10^{22} D/m^2 за 15 минут с момента облучения из образца вышло около 5% от полного количества захваченных частиц. Эксперименты по термодесорбции с различным временем выдержки после облучения показали, что заметное количество дейтерия продолжает выходить из образца и

спустя несколько дней. Особенно, это характерно для неотожженных образцов, в которых присутствует большая концентрация дефектов с относительно малой энергией связи водорода.

Исследование взаимодействия водорода с производственными (образованными в образце на стадии производства) дефектами производилось двумя способами. В первом случае образец выдерживался в газе при повышенной температуре (873 К), чтобы обеспечить равновесное насыщение образца в течение часа (необходимая температура определена на основе экспериментов по проницаемости). При такой температуре заметное удержание дейтерия возможно в дефектах с большой энергией связи. Такие дефекты были обнаружены, и соответствующий ТДС спектр имеет максимум при 1000 К. Во втором случае, образец облучался малой дозой ионов ("метод малых доз"). При наличии дефектов в зоне внедрения, захват дейтерия в 3-4 раза больше, чем для хорошо отожженного образца. Дополнительный захват дейтерия обусловлен захватом в дефекты, существующие в образце до начала облучения. На рис. 3 показана эволюция ТДС спектров из неотожженного образца по мере повышения температуры отжига, полученная методом малых доз. Процедура эксперимента была следующей. Образец облучался малой дозой (2×10^{20} D/м²с), после чего проводился ТДС до некоторой температуры, при которой затем образец отжигался при этой температуре 30 минут. С каждым следующим облучением конечная температура увеличивалась. ТДС спектр для неотожженного образца имеет максимумы при температурах 400 К и 510 К, а также высокотемпературную часть 650-900 К (дейтерий выделяется в высокотемпературной части неотожженного образца, в основном, в составе, вторичных молекул). Уже после отжига при 900 К спектр изменяется, пик при 500 К опускается, что должно быть связано с отжигом соответствующих дефектов. Небольшой прирост низкотемпературной части может быть вызван изменением соотношения концентраций дефектов, вследствие отжига дефектов с большей энергией связи. Спадает также и высокотемпературная часть. Отжиг при 1190 К приводит к дальнейшему спаду пика при 500 К, при этом низкотемпературный пик остается на прежнем уровне. После отжига при 1470 К (все еще ниже температуры рекристаллизации $T_{рек}$) начинается спад низкотемпературной части. Можно ожидать, что более длительный от-

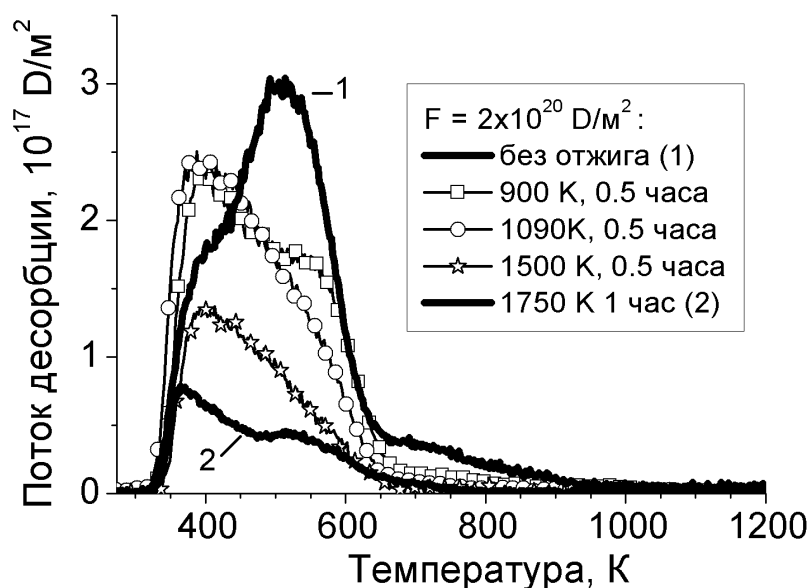


Рис. 3. Эволюция ТДС спектров из неотожженного вольфрама (50 мкм Plansee) по мере повышения температуры отжига. Все облучения выполнены ионами D_3^+ с энергией 10 кэВ дозой $2 \times 10^{20} D/m^2$

жиг при этой или чуть меньшей температуре приведет к отжигу большей части этих дефектов. После отжига при 1770 К (выше $T_{рек}$) спектр повторяет спектр для хорошо отожженного образца без предварительного облучения.

Предполагая, что весь дейтерий захватывается в слое порядка 100 нм от поверхности, можно сделать вывод, что суммарная концентрация дефектов в неотожженном образце составляет 0.1-1 ат.%. Особенность производственных дефектов заключается в том, что они обычно распределены по всему объему образца. Таким образом, можно ожидать, что в неотожженном вольфраме при больших дозах облучения будет захватываться значительное количество дейтерия, за счет диффузии дейтерия вглубь образца. Поэтому можно рекомендовать отжигать вольфрам перед использованием в реакторе. Для определения оптимального значения температуры отжига должны быть произведены комбинированные исследования термо-механических свойств и захвата водорода.

Аналогичным способом исследовались радиационные дефекты, образованные после облучения ионами D_3^+ с энергией 10 кэВ и дозой $10^{22} D/m^2$ (рис. 4). В этом случае образец предварительно отжигался в течение часа при темпе-

ратуре 1750 К. Спектр радиационных дефектов близок к спектру производ-

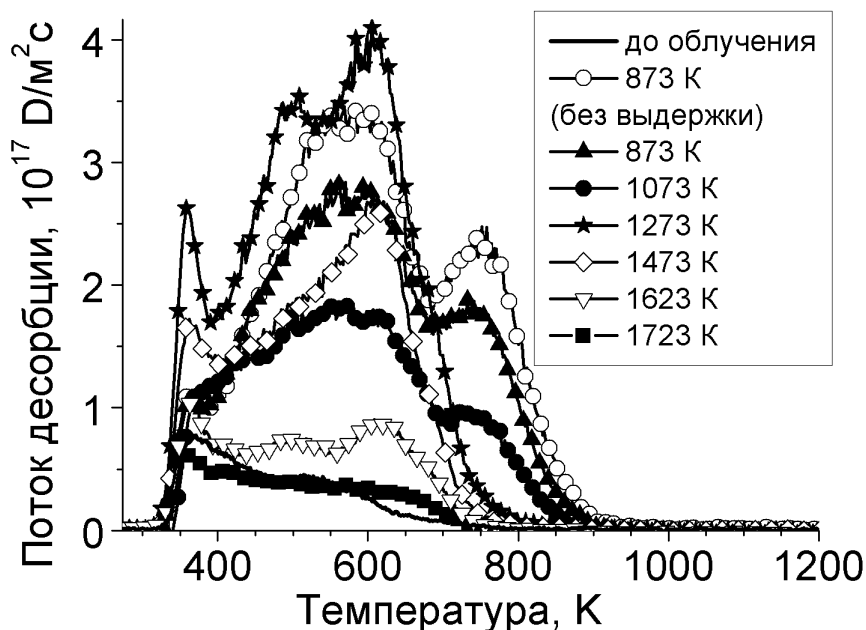


Рис. 4. Эволюция ТДС спектров вольфрама (Plansee 50 мкм) с радиационными дефектами, созданными ионами D_3^+ с энергией 10 кэВ и дозой облучения $10^{22} D/m^2$. Все облучения выполнены ионами ионами D_3^+ с энергией 10 кэВ дозой $2 \times 10^{20} D/m^2$

ственных дефектов, но можно отметить и некоторые дополнительные пики. Можно выделить пики: 360, 500, 630 и 750 К. Отжиг при температуре 873 К слабо удаляет дефекты. Также как и в случае неотожженного образца захват заметно больше, по сравнению с хорошо отожженным образцом. Снова можно сделать вывод, что концентрация дефектов в зоне внедрения составляет величину порядка атомных процентов, что коррелирует с профилями дейтерия, полученными методом ядерных реакций. Отжиг при температуре 1073 К приводит к некоторому уменьшению всех пиков. Отжиг при температуре 1273 К резко меняет форму спектра: полностью отжигается пик 750 К, а пики 500 и 600 К наоборот вырастают. Дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к удалению большей части дефектов. Однако по сравнению со спектрами до облучения большими дозами появляется пик 630 К, который остается после отжига при максимальной температуре, что связано, очевидно, с образованием дефектов с очень высокой температурой отжига.

На СЭМ изображении поперечного сечения образца после многократного облучения и отжига были обнаружены поры диаметром около 20 нм на глубине 200-500 нм, захват в которые может соответствовать этому пику. Возможная природа остальных пиков также обсуждается в работе.

В главах "Проницаемость через чистый вольфрам" и "Проницаемость через вольфрам, покрытый углеродной пленкой" приведены результаты экспериментов, полученные на установке PERMEX. Большая часть экспериментов проводилась с образцами вольфрама, отрезанными от той же фольги, что и в экспериментах по термодесорбции. Эксперименты с чистым вольфрамом проводились при температурах 823-923 К, облучение производилось ионами D_3^+ с энергией 600 эВ и потоком $10^{21} - 10^{22}$ D/м²с. Анализ экспериментальных результатов показал, что поток дейтерия в сторону входной поверхности лимитирован десорбцией и диффузией в сторону выходной. Кроме того, транспорт дейтерия через вольфрам в наших условиях сильно замедлен дефектами. Время задержки на четыре порядка величины больше, чем рассчитанное по значению коэффициента диффузии Фрауенфельдера. При температурах выше 873 К была замечена проницаемость дейтерия из газа, давление которого вблизи образца в ходе облучения составляет порядка 10^{-5} мбар.

Практически все кривые проницаемости могут быть описаны (рис. 5) уравнением:

$$J_{DLR}(t) = J_0 \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \left[(-1)^n \exp\left(- \frac{D\pi^2 n^2}{L^2} t \right) \right] \right], \quad (1)$$

которое описывает газовую проницаемость в режиме, лимитированном диффузией (DLR). Такое согласие можно ожидать, если заселенность дефектов дейтерием мала, и проницаемость происходит в области применения модели эффективного коэффициента диффузии, который может быть получен для каждой экспериментальной кривой проницаемости при разных температурах. В этом случае, согласно теории, энергия активации, полученная из температурной зависимости эффективного коэффициента диффузии, соответствует энергии выхода дейтерия из тех ловушек, которые оказывают наибольшее влияние на проницаемость (рис. 6). В наших экспериментах было получено значение 2.05 ± 0.15 эВ. Моделирование кривых проницаемости в предположении равномерного распределения дефектов с энергией 2 эВ в образце,

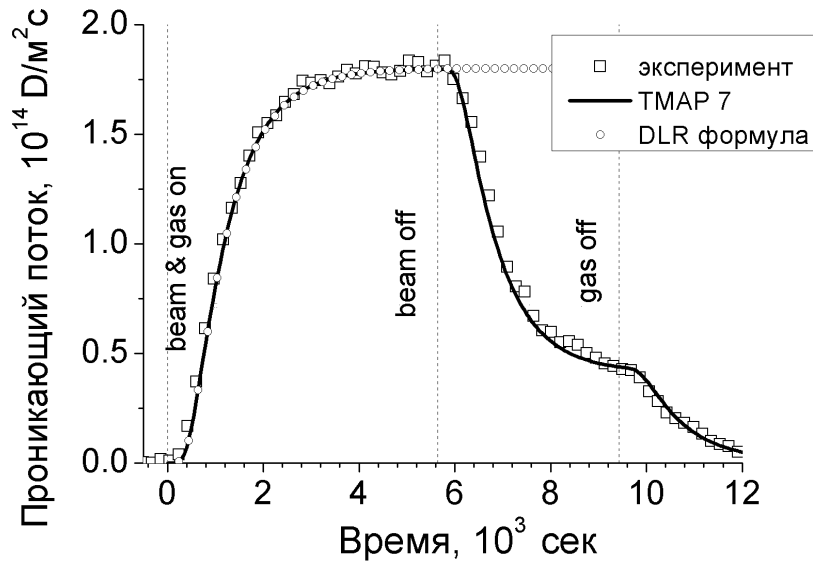


Рис. 5. Сравнение экспериментальной кривой проницаемости ($T = 893 \text{ K}$, $P_{D2} = 7.7 \times 10^{-4} \text{ Па}$, $F_{inc} = 0.36 \times 2 \times 10^{17} \text{ D/m}^2$) и моделирования с помощью формулы (1) и с помощью TMAP7 ($E_t = 2.0 \text{ эВ}$, $n_t = 16.5 \text{ ppm}$, $K_{rec} = 3.4 \times 10^{-21} \text{ м}^4/\text{сек}$, $K_d = 2.9 \times 10^{18} \text{ 1/м}^2/\text{Па}$).

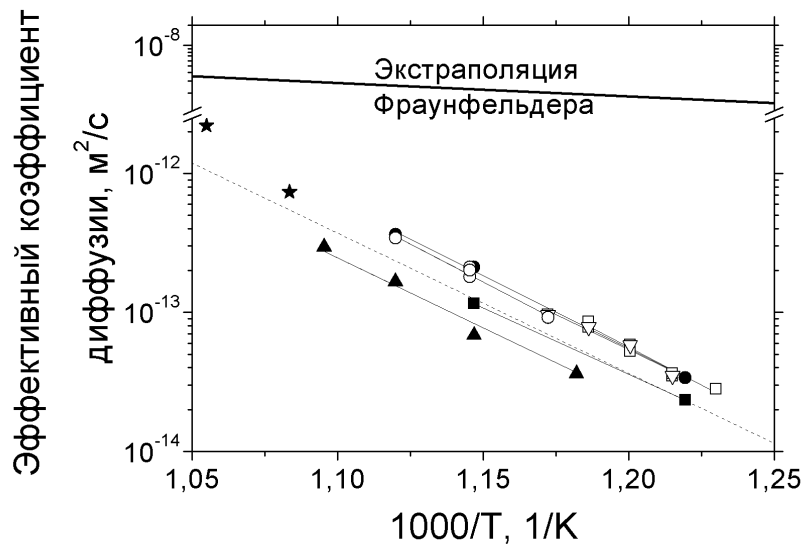


Рис. 6. Сравнение эффективных коэффициентов диффузии (точки), полученных из экспериментальных кривых, с экстраполяцией данных Фраунфельдера (линия). Разные виды точек соответствуют разным образцам (звездочки - 360 мкм Plansee, остальные - 50 мкм Plansee)

выполненное с помощью кода ТМАР 7 описывает все особенности кривой проницаемости, включая проницаемость из газа (рис. 5).

Из экспериментальных данных также было получено значение произведения растворимости и коэффициента диффузии $S \times D$ и для коэффициента рекомбинации K_r . Значение $S \times D$ оказалось близким к существующим литературным данным. По коэффициенту рекомбинации в литературе существует значительное расхождение между экспериментальными и теоретическими данными. Наши результаты близки к экспериментальным данным, полученным также на основе экспериментов по ионной проницаемости.

В экспериментах с углеродным покрытием пленка наносилась со стороны облучения методом магнетронного распыления, используя графитовый катод (чистотой 99,999 %) и аргон (чистотой 99,999 %) в качестве рабочего газа. Для удаления примесей с поверхности вольфрама образцы полировались электрохимически и чистились разрядом аргона непосредственно перед нанесением покрытия. Полученные образцы анализировались различными методами, включая РОР (Резерфордское Обратное Рассеяние), МЯР (Метод Ядерных Реакций), АСМ (Атомный Силовой Микроскоп), СЭМ (Сканирующий Электронный Микроскоп) и динамический РФЭС (Рентгеновская Фото-Электронная Спектроскопия). Измерения показали, что толщина пленки однородна вдоль поверхности каждого отдельного образца и составляла 120 или 180 нм в различных экспериментах, плотность пленки 1.65 г/см^3 .

Все эксперименты с углеродными покрытиями проводились при температуре 873 К. Выбор температуры обусловлен тем, что при этой температуре время задержки для проницаемости через чистый вольфрам уже относительно мало (порядка 20 минут), но температура еще не достаточна для интенсивного образования карбида на границе раздела. Динамический РФЭС анализ показал, что после трехдневного эксперимента по проницаемости при температуре 873 К, слой карбида на границе раздела не превышает нескольких нанометров. Также эта температура находится вблизи максимума химического распыления, что позволяет исследовать влияние пленки в широком диапазоне толщин в ходе одного эксперимента.

Облучение производилось ионами двух энергий 200 эВ/Д и 1200 эВ/Д. Отличие в энергии ионов привело не только к разному профилю внедрения, но

и к разной скорости распыления пленки в этих экспериментах: при энергии ионов 200 эВ/D скорость распыления составила около 0.25 С/D (доминирует химическое распыление), а при энергии 1200 эВ/D лишь 0.03 С/D, что близко к значению для физического распыления. Таким образом, в случае ионов 200 эВ/D в конце эксперимента пленка была полностью распылена, а в случае 1200 эВ/D даже в конце эксперимента пленка оставалась достаточно толстой, чтобы все ионы дейтерия тормозились в ней и не достигали поверхности вольфрама при внедрении. На рис. 7 показано поведение проникающего потока в зависимости от дозы облучения для обоих случаев. Можно видеть,

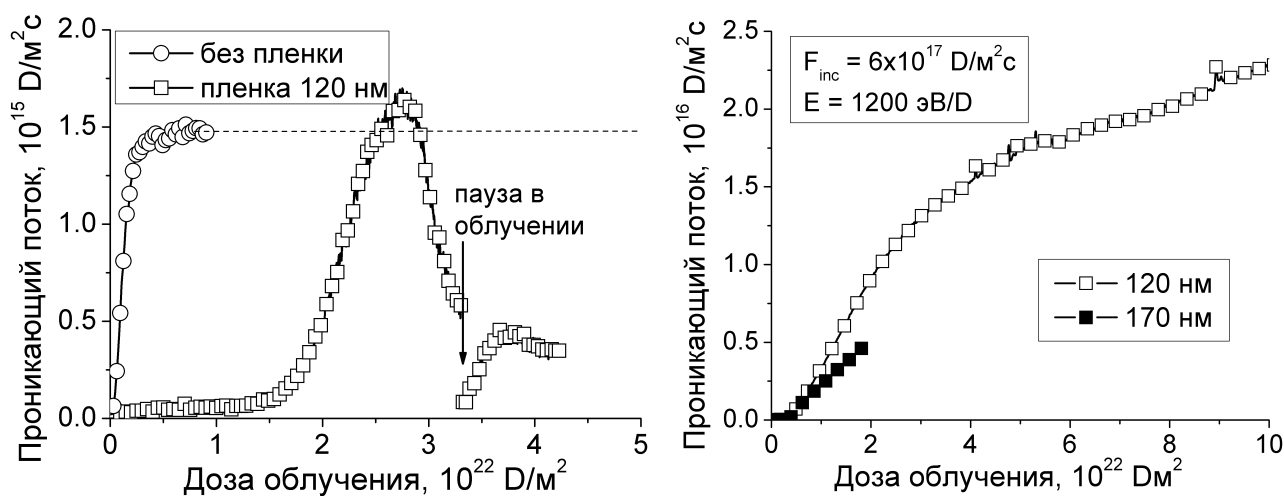


Рис. 7. а - Сравнение зависимостей проникающего потока от дозы облучения через чистый вольфрам и вольфрам с углеродной пленкой при облучении ионами D_3^+ с энергией 200 эВ/D и падающим потоком $F_{inc} = 7.5 \times 10^{17} D/m^2 c$. б - Проникающий поток в зависимости от дозы облучения через вольфрам, покрытый углеродной пленкой разной толщины, при облучении ионами D_3^+ с энергией 1200 эВ/D и падающим потоком $F_{inc} = 6 \times 10^{17} D/m^2 c$

что кривые проницаемости в экспериментах с пленками сильно отличаются от экспериментов с чистым вольфрамом и зависят от энергии ионов. В случае ионов 200 эВ/D, заметный проникающий поток появляется после достижения дозы $\sim 1.7 \times 10^{22} D/m^2$ (5-6 часов облучения), достигая максимума при дозе $\sim 2.7 \times 10^{22} D/m^2$ (толщина пленки в максимуме около 12 нм). Стационарное значение проникающего потока заметно меньше, чем в экспериментах с чистым вольфрамом. РФЭС анализ показал наличие в приповерхностном

слое наличие небольшого количества углерода, который частично находится в карбидном состоянии. Расчеты, выполненные с помощью кода TRYDIN (код позволяющий моделировать динамику изменения состава поверхности в ходе облучения ионами), подтверждают возможность сохранения части углерода под поверхностью даже при больших дозах облучения за счет эффекта ионного перемешивания. Наличие углерода в поверхностном слое может быть причиной пониженного проникающего потока.

Поведение проникающего потока в случае облучения ионами 1200 эВ/D заметно отличается. Время задержки оказалось в три раза меньше, чем в экспериментах с ионами 200 эВ/D. Наблюдаемый проникающий поток на порядок величины больше, чем для низкоэнергетического облучения, несмотря на то, что толщина пленки в конце эксперимента все еще заметно больше зоны внедрения дейтерия и что максимум проникающего потока не был достигнут. Через шесть часов после остановки облучения ионами 1200 эВ/D, образец с начальной толщиной пленки 170 нм был также облучен ионами 200 эВ/D. Проникающий поток при повторном облучении появился с временем задержки около 20 минут, характерным для экспериментов с чистый вольфрам.

Таким образом, было показано, что дейтерий может проникать через углеродную пленку толщиной больше глубины внедрения дейтерия, несмотря на медленную диффузию атомарного дейтерия в углеродных материалах.

Основные результаты работы

1. Создана сверхвысоковакуумная установка "Медион" для изучения захвата и обратного газовойделения дейтерия в ходе облучения ионами кэв-ных энергий. Установка позволяет производить отжиг образца, его облучение, измерение потока ре-эмиссии и термодесорбционные измерения без переноса образца по атмосфере.
2. Получены экспериментальные данные о влиянии дефектов на поток ре-эмиссии дейетрия из вольфрама при облучении ионным пучком. Дефекты приводят к задержке появления потока ре-эмиссии, не влияя на стационарное значение. В отсутствии дефектов поток ре-эмиссии достигает значение 70-80 % от стационарного уже в начале облучения.
3. ТДС измерения показали, что производственные и радиационные дефекты в вольфраме имеют широкий спектр энергий связи с водородом. На основе измерений ТДС после низкодозного облучения были получены данные по эволюции дефектов в вольфраме во время отжига.
4. Эксперименты по проницаемости ионов дейтерия через вольфрам показали, что транспорт дейтерия сильно замедлен под действием дефектов. Энергия выхода дейтерия из производственных дефектов, оказывающих наибольшее влияние в условиях эсперимента, была определена равной (2.05 ± 0.15) эВ, а их концентрация равной 1-10 ppm.
5. Получены экспериментальные значения коэффициента рекомбинации и произведения растворимости и коэффициента диффузии дейетрия в вольфраме. Полученный коэффициент рекомбинации заметно отличается от теоретического значения, как и другие экспериментальные данные в литературе.
6. Впервые проведены эксперименты по проницаемости водорода через вольфрам, покрытый углеродной пленкой. Эксперименты показали возможность проникновения дейтерия даже при толщине пленки, превышающей глубину внедрения. При этом, проникающий поток может превышать значение для вольфрама без покрытия.

Основные результаты диссертации опубликованы в 14 печатных работах. Из них три в ведущих рецензируемых научных журналах, определенных ВАК.

1. Yu.M.Gasparyan, A.V.Golubeva, M.Mayer, A.A.Pisarev, J.Roth, Ion-driven deuterium permeation through tungsten at high temperatures// *Journal of Nuclear Materials*, 390-391 (2009) 606-609.
2. Ю.М.Гаспарян, С.О.Степанов, А.А.Русинов, Н.Н.Трифонов, А.А.Писарев, Термодесорбция ионно-имплантированного дейтерия из вольфрама// «*Вопросы атомной науки и техники*». Серия «*Теоретическая и прикладная физика*», 2009, №1, с. 26-30.
3. A.V.Golubeva, M.Mayer, Yu.M.Gasparyan, J.Roth, V.A.Kurnaev, The ion-driven permeation experiment PERMEX// *Review of Scientific Instruments*, 80 (2009) 073501.
4. Ю.М.Гаспарян, Н.Н.Трифонов, С.Ф.Перельгин, А.А.Писарев, Установка для исследования захвата и газовыделения водорода при ионном внедрении// *Тезисы 1ой международной школы молодых ученых «Взаимодействие водорода с конструкционными материалами»*, Петрозаводск, Россия, 2005, с.15-16.
5. Ю.М.Гаспарян, А.А.Русинов, Н.Н.Трифонов, А.А.Писарев, Захват ионно-имплантированного дейтерия в вольфрам// *Тезисы 2ой международной школы молодых ученых «Взаимодействие водорода с конструкционными материалами»*, Петрозаводск, Россия, 2006, с.76-77.
6. A.A.Pisarev, Yu.M.Gasparyan, N.N.Trifonov, A.A.Rusinov, Thermal desorption of ion-implanted deuterium from tungsten // *Book of abstracts of the 11th International Workshop on Plasma Facing Materials and Components for Fusion Applications*, Greifswald, Germany, 2007, с.36.
7. S.O.Stepanov, A.A.Pisarev, Yu.M.Gasparyan, A.A.Rusinov, N.N.Trifonov, Deuterium retention in tungsten// *Труды XVIII международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью»*, Звенигород, Россия, 2007, т.1, с.197-200

8. A.V.Golubeva, Yu.M.Gasparyan, M.Mayer, J.Roth, A setup for investigation of hydrogen ion-driven permeation// *Труды XVIII международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью», Звенигород, Россия, 2007, т.3, с. 188-190*
9. Yu.M.Gasparyan, A.V.Golubeva, M.Mayer, A.A.Pisarev, J.Roth, Ion-driven deuterium permeation through tungsten at high temperatures// *Book of abstracts of the 18th International Conference on Plasma Surface Interaction, Toledo, Spain, 2008, с.160*
10. Yu.Gasparyan, A.Rusinov, S.Stepanov, S.Yarko, N.Trifonov, A.Pisarev, A.Golubeva, A.Spytsin, S.Lindig, M.Mayer, J.Roth, The comparison of permeation and TDS experiments with polycrystalline tungsten// *Book of abstracts of the 9th International Workshop on Hydrogen Isotopes in Fusion Reactor Materials, Salamanca, Spain, 2008, с.27*
11. Yu.Gasparyan, M.Mayer, A.Pisarev, J.Roth, A.Wiltner, C.Adelhelm, M.Rasinski, Deuterium ion-driven permeation through carbon coated tungsten// *Book of abstracts of the 12th International Workshop on Plasma Facing Materials and Components for Fusion Applications, Juelich, Germany, 2009, с.82*
12. A.Rusinov, Yu.Gasparyan, P.Pyankov, N.Trifonov, A.Pisarev, Radiation defects in tungsten bombarded with low flux 10 keV D_3^+ ions// *Book of abstracts of the 12th International Workshop on Plasma Facing Materials and Components for Fusion Applications, Juelich, Germany, 2009, с.104*
13. Yu.Gasparyan, M.Polyanskiy, A.Rusinov, S.Yarko, S.Perelygin, N.Trifonov, A.Pisarev, Deuterium retention in intrinsic defects of polycrystalline tungsten// *Труды XIX международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью», Звенигород, Россия, 2009, т.1, с. 338-340*
14. A.Rusinov, Yu.Gasparyan, P.Pyankov, N.Trifonov, A.Pisarev, S.Lindig, J.Roth, M.Mayer, Pores creation in tungsten under 10 keV D_3^+ bombardment// *Труды XIX международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью», Звенигород, Россия, 2009, т.2, с. 139-141*

Подписано в печать

Заказ

Тираж 100 экз.

Типография МИФИ, Каширское шоссе, 31