

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИОНОВ И АТОМОВ ВОДОРОДА С ОКСИДНЫМ СЛОЕМ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ

*Л. Б. Беграмбеков, А. Е. Евсин, А. С. Каплевский, С. С. Довганюк,
М. И. Шутикова, А. М. Захаров, С. А. Беграмбекова*

НИЯУ МИФИ, Москва
lbb@plasma.mephi.ru

В экспериментах с нержавеющей сталью было обнаружено ускорение захвата и десорбции изотопов водорода при ее облучении атомами водорода и кислородом или атомам и ионами водородной плазмы с примесью кислорода. В статье описываются эксперименты, целью которых было определить: оказывается ли это явление специфичным для нержавеющей стали, развивается ли оно на оксидированных поверхностях других составов и на металле, не имеющем оксидированной поверхности? Эксперименты проводились с образцами никеля, поверхность которого не оксидирована, и вольфрама, на поверхности которого есть оксидный слой. Использовались образцы вольфрама с алюминиевым покрытием, на поверхности которого тоже формировался оксид. Наконец, стенки вакуумной камеры экспериментальной установки из нержавеющей стали облучались ионами плазмы для определения зависимости явления от температуры поверхности и концентрации кислорода в рабочем газе.

1. Введение

Барьерные свойства оксидных слоев по отношению к диффузии водорода хорошо известны [1–3]. Это их свойство способствует удержанию больших количеств водорода в гидридообразующих металлах и позволило на их основе (Ti, Y, Sc) создавать нейтронные генераторы [4, 5]. Поверхностный оксидный слой препятствует проникновению водорода сквозь циркониевые защитные оболочки к ураносодержащим тепловыделяющим элементам легководных реакторов [6–10].

Вместе с тем, как было показано в работах [11, 12], барьерные свойства оксидного слоя на нержавеющей стали по отношению к диффузии изотопов водорода изменяются при ионном и плазменном облучении. В этих работах поверхность стенок вакуумной камеры, выполненной из нержавеющей стали 12X18H10T, облучалась атомами водорода в кислородосодержащей атмосфере и ионами водородной плазмы с примесью кислорода. Было обнаружено, что при этих условиях проникновение водорода через поверхность нержавеющей стали значительно активизируется (явление активированного проникновения через поверхность – АПП) при сравнительно низких температурах (≤ 500 К), и это служит причиной увеличенного захвата и десорбции изотопов водорода. (Это явление, по-видимому, служит причиной широко известного

неконтролируемого выделения водорода из стенок плазменной камеры из нержавеющей стали, наблюдаемого в термоядерных установках [13, 14]).

Целью данной работы было проверить оказывается ли явление АПП специфичным для нержавеющей стали, развивается ли оно на оксидированных поверхностях других составов и на металле, не имеющем оксидированной поверхности. Эксперименты проводились с рядом образцов. Эксперименты с образцами никеля, поверхность которого не оксидирована, и вольфрама, на поверхности которого есть оксидный слой, позволяли определить, необходим ли поверхностный оксидный слой для развития явления АПП. Кроме того, использовались образцы вольфрама с алюминиевым покрытием, на поверхности которого тоже формировался оксид. Эти эксперименты давали возможность исследовать транспорт водорода через поверхность покрытия на металле и между вольфрамом и покрытием в процессе ионной бомбардировки. Наконец, стенки вакуумной камеры облучались ионами плазмы для определения зависимости явления активированного проникновения от температуры поверхности и концентрации кислорода в рабочем газе.

Для большей ясности обсуждения результатов работы было сочтено необходимым представить краткое описание экспериментов, зафиксировавших явление АПП, и схемы процессов, способных обеспечить развитие этого явления.

2. Активированное проникновение водорода (явление АПП) через поверхность нержавеющей стали при облучении атомами водорода в кислородосодержащей атмосфере и водородной плазмой с примесью кислорода

2.1. Экспериментальная установка

Эксперименты проводились в установке «МИКМА» (рис. 1) [14]. Основными элементами установки являются три последовательно соединенные между собой вакуумные камеры: первая камера служит для облучения образцов потоками ионов и атомов, вторая, плазменная камера, для их экспозиции в плазме газового разряда. Кроме того, в камере можно также проводить облучение образцов или стенок вакуумной камеры атомами водорода с тепловыми скоростями. Третья камера предназначена для термодесорбционных измерений, ТДС камера, к ней подсоединен масс-спектрометр. Отдельный вакуумпровод, соединяющий третью камеру с первыми двумя, позволяет измерять концентрацию в них компонент рабочего газа в процессе эксперимента с помощью масс-спектрометра, расположенного в ТДС камере. Подвижный ввод используется для транспортировки исследуемых образцов между камерами без контакта с атмосферой. Эксперименты, выполненные в работе [12], как и представляемые в этой статье, проводились в плазменной камере установки. Ее объем равен $2 \times 10^{-3} \text{ м}^3$. Температура стенок камеры регулировалась системой нагрева. Состав остаточного газа – 95 % H_2O и 5 % H_2 . Давление остаточного газа в плазменной камере было $\leq 2,6 \times 10^{-3} \text{ Па}$, а в ТДС камере во всех случаях было не выше, чем $1,3 \times 10^{-5} \text{ Па}$. Газовый разряд в плазменной камере инициировался между накальным катодом и анодом, не имеющими электрического контакта с установкой. Дейтериевая плазма включала, в основном,

ионы D_2^+ (82–85 %), оставшаяся часть – ионы D_1^+ и D_3^+ . При анализе экспериментальных результатов предполагалось, что исследуемые образцы облучаются только ионами D_2^+ .

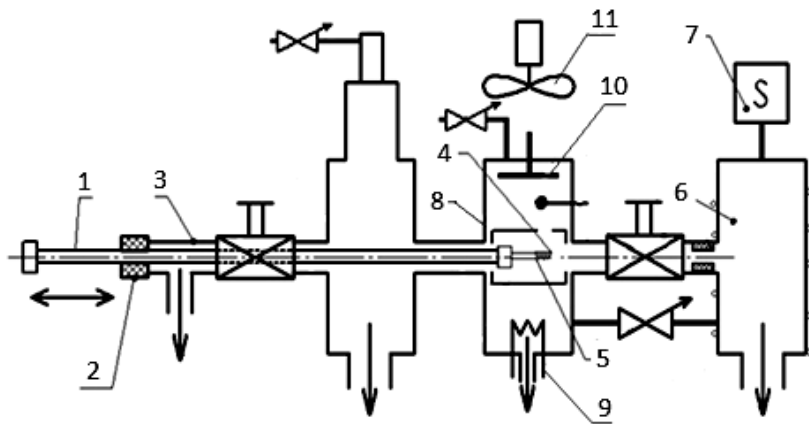


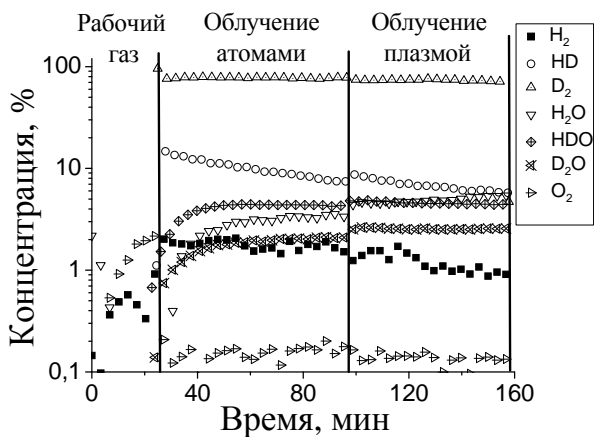
Рис. 1. Схема установки «МИКМА». 1 – ввод движения, 2 – уплотнение, 3 – шлюзовая камера, 4 – образец, 5 – нагреватель образца, 6 – ТДС камера, 7 – масс-спектрометр, 8 – камера плазменного облучения, 9 – катод, 10 – анод, 11 – вентилятор

2.2. Экспериментальное обнаружение явления АПП

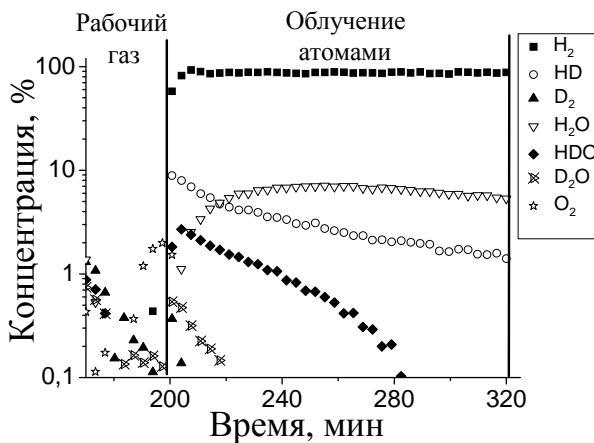
Стенки плазменной камеры из нержавеющей стали марки 12X18H10T использовались в качестве исследуемого «образца», их температура в процессе эксперимента составляла 40°C . Эксперименты проводились в несколько этапов. На первом этапе в камеру напускалась смесь дейтерия с кислородом. Давление дейтерия составляло $\approx 6,6 \times 10^{-1}$ Па. Примесь кислорода в разных экспериментах составляла 0,5; 2; 10; 20; 30 процентов от концентрации дейтерия. Накапливался вольфрамовый катод. На его поверхности молекулы дейтерия диссоциировали, и стенки плазменной камеры облучались атомами дейтерия и кислородом. Средняя плотность потоков атомов водорода на поверхность стенок вакуумной камеры равнялись $2,3 \times 10^{19} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$. Затем зажегся разряд, и стенки плазменной камеры подвергались воздействию ионов дейтерия и кислорода. Наконец, дейтерий заменялся на водород и накапливался вольфрамовый катод. И теперь атомы водорода вместе с кислородом облучали стенки камеры. Средняя плотность потоков ионов водорода на поверхность стенок равнялись $0,5 \times 10^{19} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$. Масс-спектрометр регистрировал концентрацию компонент рабочего газа в камере в процессе эксперимента. С использованием результатов этих измерений, а также данных о скоростях откачки различных газов из плазменной камеры, проводился расчет скорости десорбции изотопов водорода из стенок и количеств десорбированных газов.

Видно (рис. 2, а), что, когда атомы дейтерия начинали облучать стенки плазменной камеры, содержание кислорода в рабочем газе резко уменьшалось, и увеличивалось количество молекул H_2O , HDO , D_2O (молекулы вод) и HD . В этих молекулах содержалось примерно равное количество атомов водо-

рода и дейтерия (рис. 2, а), причем водорода в них было гораздо больше ($\approx 1 \times 10^{17}$ ат/м³), чем в остаточном газе ($\approx 2 \times 10^{15}$ ат/м³). Это позволило заключить, что молекулы вод и HD формировались на поверхности стенок плазменной камеры с участием кислорода и атомов дейтерия, облучающих поверхность, и атомов водорода из слоя сорбции и объема нержавеющей стали.



а



б

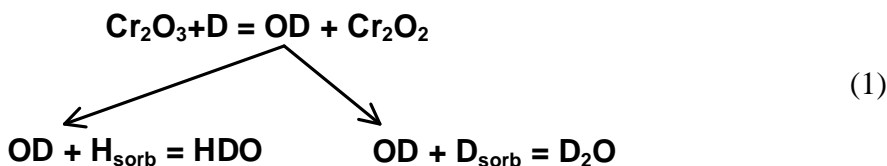
Рис. 2. Изменение состава рабочего газа при облучении стенок плазменной камеры: а - атомами дейтерия и плазмой в рабочем газе $D_2 + 2\% O_2$; б - атомами водорода в рабочем газе $H_2 + 2\% O_2$ после предварительного облучения атомами дейтерия и дейтериевой плазмой

Инициация разряда и облучение стенок плазменной камеры ионами плазмы не изменяли значительно состав рабочего газа и, соответственно, скорость выхода водорода из стенок (рис. 2, а). Наконец, после выключения разряда и замены дейтерия в плазменной камере на водород, облучение стенок атомами водорода в смеси водорода и кислорода привело к появлению в рабочем газе молекул HDO, D₂O и HD (рис. 2, б). Их количество спадало со време-

нем. Был сделан вывод о десорбции дейтерия, внедренного в стенки камеры и сорбированного на их поверхности, на предыдущих этапах эксперимента. Расчет показал, что за 130 минут облучения атомами дейтерия и ионами плазмы в атмосфере дейтерия с 2 % кислорода захват дейтерия в стенки камеры составил примерно $0,5 \times 10^{21}$ ат/м², а десорбция водорода $2,0 \times 10^{21}$ ат/м². Сравнение количества десорбировавшегося водорода и захваченного в стенки дейтерия с оценкой количества водорода, сорбированного на поверхности стенок ($2,5 \times 10^{19}$ ат/м²), позволило заключить, что большая часть водорода и дейтерия выделялась из объема нержавеющей стали.

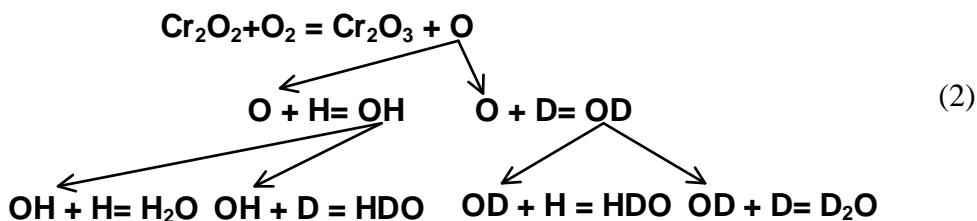
2.3. Схема процессов, способных обеспечить развитие явление АПП

Авторы работ [11] пришли к выводу, что активизация проникновения водорода через поверхность инициируется взаимодействием кислорода и атомов и/или ионов изотопов водорода с оксидом хрома, составляющим оксидный слой на поверхности нержавеющей стали. Было высказано предположение о том, что молекулы вод могли образовываться и десорбироваться со стенок камеры в результате цепочки экзотермических реакций (1), инициированных неупругими соударениями бомбардирующих атомов/ионов D с оксидом хрома.



В результате реакций образуются гидроксогруппы OD и формируются кислородные вакансии в слое оксида хрома (Формула $\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{D} = \text{OD} + \text{Cr}_2\text{O}_2$ отражает характер изменения связи атомов хрома поверхностных слоев с кислородом при облучении атомами дейтерия). Далее в реакциях гидроксогрупп с атомами дейтерия (2), сорбированными на поверхности, и атомами водорода, диффундирующими из объема стенки, образуются летучие молекулы вод, которые затем могут покидать поверхность. Атомы кислорода, являющиеся продуктом этих реакций, могут также вступать в реакцию с атомами водорода (2) и образовывать молекулы вод, покидающие поверхность.

При одновременном облучении атомами/ионами дейтерия и кислородом (2) заполняются кислородные вакансии в слое оксида хрома, и реакции образования молекул, способных десорбироваться с поверхности, могут продолжаться в течении всего времени облучения. (Отметим, что к формуле $\text{Cr}_2\text{O}_2 + \text{O}_2 = \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{O}$ применимо замечание относительно формулы (1)).



Не исключается также образование молекул H_2O и HDO за счет реакций гидрооксогрупп OH , образующихся при диссоциации и ионизации молекул воды остаточного газа с атомами H и D . Появление молекул HD в рабочем газе рассматривается как результат реакций между облучающими атомами/ионами D с атомами H из объема металла ($\text{D}_{\text{обл.}} + \text{H}_{\text{сорб}} = \text{HD}$). Аналогичные реакции, по мнению авторов, обеспечивали выделение ранее захваченного дейтерия при облучении поверхности нержавеющей стали атомами водорода.

3. Методика экспериментов

3.1. Подготовка образцов никеля и вольфрама и методика их облучения

Образцы обоих металлов готовились одинаково. Образцы размерами $7 \times 7 \times 1 \text{ мм}^3$ механически полировались и промывались в ультразвуковой спиртовой ванне. Образцы никеля не отжигались и содержали некоторое количество водорода («технологический» водород). Вольфрамовые образцы отжигались, и «технологический» водород из них был удален.

Три из приготовленных никелевых образцов использовались для определения методом ТДС среднего количества «технологического» водорода в образцах. Остальные никелевые образцы и вольфрамовые образцы имплантировались ионами дейтериевой плазмы. Имплантируемые дейтерием образцы, так же как впоследствии образцы при облучении ионами водородной плазмы размещались в держателе 4 вакуумного ввода 1 (рис. 1). После инициации плазмы между накалимым катодом 9 и анодом 10 на образец подавался отрицательный потенциал относительно плазмы в районе образца, и образец облучался ионами плазмы. Энергия облучающих ионов составляла $E = 650 \text{ эВ/ат}$, плотность тока ионов на образец $j = 3,7 \times 10^{19} \text{ ат/м}^2\text{с}$, доза облучения $\Phi = 1,3 \times 10^{23} \text{ ат/м}^2$, температура образцов во время имплантации $T = 500 \text{ К}$.

Первый имплантированный дейтерием образец каждого металла использовался для измерения количества водорода и дейтерия в образце после облучения в дейтериевой плазме. Второй образец после имплантации дейтерия выдерживался в вакууме 1 час при температуре 500 К, то есть в течение времени последующего облучения в водородной плазме с примесью кислорода. Это делалось для того, чтобы определить не произойдет ли десорбции частиц, находящихся в образцах при облучении в дейтериевой плазме, в результате пребывания в вакууме даже без облучения в водородной плазме. Третий образец после имплантации дейтерия с этой же целью выдерживался при комнатной температуре в течение 1 часа на атмосфере. Затем методом ТДС опре-

делялось, как изменилось содержание водорода и дейтерия в образцах, соответственно, после пребывания в вакууме и на атмосфере. Четвертый образец после имплантации дейтерия и последующей аналогичной третьему образцу выдержки на атмосфере облучался водородной плазмой с 2 % примесью кислорода. Параметры облучения в $\text{H}_2 + 2\% \text{O}_2$ плазме: $E = 50$ эВ/ат, $j = 3,7 \times 10^{19}$ ат/м²с, $\Phi = 1,3 \times 10^{23}$ ат/м², $T = 500$ К.

3.2. Подготовка образцов вольфрама со слоем алюминия и методика облучения

Образцы готовились так же, как это описывалось в предыдущем разделе, но не отжигались и содержали «технологический» водород. Его содержание в образце определялось при ТДС анализе одного из образцов, а на одну из сторон остальных осаждалось алюминиевое покрытие. Осаждение покрытия проводилось в газовом разряде с накальным вольфрамовым катодом. Напыляемые слои формировались на вольфраме атомами алюминия, распыляемыми с алюминиевой мишени ионами плазмы. Разряд зажигался в аргоне с примесью водорода. Это позволяло уменьшить захват кислорода из молекул воды остаточного газа в осаждаемый алюминиевый слой. Параметры напыления были следующими: давление остаточного газа $P_{\text{ост}} \approx 1,4 \times 10^{-3}$ Па, состав остаточного газа: $\approx 95\% \text{H}_2\text{O}$ и $\approx 5\% \text{H}_2$, давление аргона $P_{\text{Ar}} = 1,3 \times 10^{-1}$ Па, температура образца $T = 450\text{--}500$ К. Энергия ионов, облучающих поверхность формирующегося покрытия во время осаждения, не превышала 20 эВ. Толщины алюминиевых покрытий составляли 200 ± 10 нм.

Образцы с напылением использовались для определения толщины покрытия гравиметрическим методом, измерения количества водорода, захваченного в образцы во время напыления покрытия, для выдержки в вакууме, и на атмосфере, и для имплантации ионов дейтерия в свободные от алюминиевого покрытия стороны образцов. Один из имплантированных образцов использовался для определения содержания в нем водорода и дейтерия после имплантации дейтерия, а покрытая алюминием сторона второго образца облучалась ионами кислородосодержащей водородной плазмы после имплантации дейтерия. Параметры имплантации дейтерия и последующего облучения также повторяли режимы, описанные в разделе 3.1.

3.3. Методика облучения стенок вакуумной камеры из нержавеющей стали

Была проведена серия экспериментов по облучению стенок плазменной камеры атомами дейтерия в рабочем газе, состоящем из дейтерия и кислородной примеси. Концентрация кислорода составляла 0,5; 2; 10; 20 и 30 процентов от концентрации дейтерия. Температура стенок составляла 200 °С. После облучения атомами дейтерия водород заменялся дейтерием в рабочем газе, и атомы водорода вместе с кислородом облучали стенки камеры. На обоих этапах облучения измерялся состав газа в плазменной камере, и на основе этих измерений рассчитывались, соответственно, выход водорода и захват дейтерия. Время облучения стенок атомами дейтерия было увеличено до 240 минут. Это позволяло сравнивать скорости проникновения изотопов водорода через

поверхность на больших временах экспериментов, когда интенсивность явления АПП практически не менялась со временем.

4. Результаты экспериментов и их обсуждение

Табл. 1 и 2 представляют количества дейтерия и водорода в образцах никеля и вольфрама до ($D_{до}$, $H_{до}$) и после ($D_{после}$, $H_{после}$) каждого из экспериментов, а также отношения количеств удерживаемых атомов дейтерия и водорода до и после соответствующих экспериментов.

4.1. Эксперименты с образцами никеля и вольфрама

Количество дейтерия, имплантированного в никель (табл. 1), практически не менялось при выдержке в вакууме и на атмосфере. Изменение количеств дейтерия при облучении $H_2 + 2\% O_2$ плазмой и водорода при облучении D_2 плазмой меньше, чем ошибка ТДС измерений, но они повторились при повторных измерениях и, поэтому, были включены в таблицу. Эти изменения могут быть отнесены за счет процессов изотопного обмена и не дают оснований для заключения о заметном развитии явления АПП на поверхности никеля.

Таблица 1

Количество атомов водорода и дейтерия в образцах никеля до и после имплантации дейтерия, выдержки в вакууме, на атмосфере и облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме

№	Эксперимент	Захват дейтерия, $\times 10^{20}$ ат/м ²	Захват водорода, $\times 10^{20}$ ат/м ²	$D_{после} / D_{до}$	$H_{после} / H_{до}$
1	До имплантации в D_2 плазме	-	8,5	-	-
2	После имплантации в D_2 плазме	1,4	7,9	-	$\approx 0,93$
3	После имплантации и выдержки в вакууме	1,4	7,9	1,0	1,0
4	После имплантации и выдержки на атмосфере	1,4	7,9	1,0	1,0
5	После выдержки на атмосфере и облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме	1,3	8,9	$\approx 0,93$	$\approx 1,12$

Облучения вольфрама, имеющего оксидный слой на поверхности, приводили к результатам, значительно отличающимся от наблюдавшихся при облучении никеля (табл. 2). При облучении ионами дейтерия в вольфрам захватывалось примерно в полтора раза больше дейтерия, чем в никель. Взаимодействие ионов дейтерия с поверхностным оксидным слоем инициировало захват водорода из сорбированных на облучаемой поверхности молекул остаточного газа в количестве, примерно равном количеству захваченному дейтерию. Пребывание образцов вольфрама в вакууме и на атмосфере не привело так же, как в случае никеля, к заметному транспорту изотопов водорода через поверхность. Однако, облучение в $H_2 + 2\% O_2$ плазме инициировало проник-

новение через поверхность атомов дейтерия и водорода (явление АПП). Наблюдался выход около половины внедренного дейтерия и захват водорода остаточного газа. В результате, примерно в полтора раза увеличилось количество водорода в образце. Отметим, что эксперименты со стенками плазменной камеры не позволяли вынести заключение о характере проникновения водорода через поверхность стенок при их облучении ионами кислородосодержащей водородной плазмы.

Таблица 2

Количество атомов водорода и дейтерия в образцах вольфрама после имплантации дейтерия, выдержки на атмосфере и облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме

№	Эксперимент	Захват дейтерия, $\times 10^{20}$ ат/м ²	Захват водорода, $\times 10^{20}$ ат/м ²	$D_{\text{после}} / D_{\text{до}}$	$H_{\text{после}} / H_{\text{до}}$
1	До имплантации в D_2 плазме	-	-	-	-
2	После имплантации в D_2 плазме	2,2	2,3	-	-
3	После выдержки в вакууме	2,2	2,3	1,0	1,0
4	После выдержки на атмосфере	2,2	2,3	1,0	1,0
5	После облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме стороны образца, облученной в D_2 плазме	1,1	3,6	$\approx 0,5$	$\approx 1,56$

4.2. Эксперименты с образцами вольфрама, покрытыми слоем алюминия

Количества атомов дейтерия и водорода в вольфраме с пленкой алюминия до и после имплантации дейтерия, выдержки в вакууме и на атмосфере, а также после облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме, представлены в табл. 3.

Таблица 3

Количество захваченных атомов водорода и дейтерия в образцах вольфрама с пленкой алюминия после имплантации дейтерия, выдержки на атмосфере и облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме

№	Эксперимент	Захват дейтерия, $\times 10^{20}$ ат/м ²	Захват водорода, $\times 10^{21}$ ат/м ²	$D_{\text{после}} / D_{\text{до}}$	$H_{\text{после}} / H_{\text{до}}$
1	До имплантации в D_2 плазме	-	3,6	-	-
2	После имплантации в D_2 плазме	2,9	3,1	-	$\approx 0,86$
3	После выдержки в вакууме	3,1	3,3	$\approx 1,07$	$\approx 1,07$
4	После выдержки на атмосфере	3,1	3,3	$\approx 1,07$	$\approx 1,07$
5	После облучения в $H_2 + 2\% O_2$ плазме	1,5	3,2	$\approx 0,48$	$\approx 0,97$

Данные табл. 3 показывают, что при напылении слоя алюминия в образец было захвачено значительное количество водорода остаточного газа. Некоторое его уменьшение при внедрении дейтерия может объясняться его удалением при распылении поверхностного слоя облучающими ионами дейтерия и изотопным обменом. Ионы водорода с энергией 50 эВ внедряются в алюминий на глубину $\approx 2,5$ нм, поэтому мы уверены, что при толщине слоя алюминия 200 нм они сосредотачиваются именно в алюминии.

Выдержка образцов в остаточном газе и на атмосфере не привели к изменению количеств удерживаемых газов. Облучение ионами кислородосодержащей водородной плазмы алюминиевого покрытия инициировало проникновение внедренного в вольфрам дейтерия в алюминиевый слой и десорбцию с поверхности алюминия примерно такого же его количества, как и при облучении поверхности вольфрама в предыдущем эксперименте. В то же время, количество водорода в образце, практически, не изменилось. Последнее обстоятельство отличает развитие явления АПП на поверхности слоя алюминия от наблюдавшегося на поверхности вольфрама. К сожалению, полученный результат не дает возможности заключить: не было ли вообще захвата водорода в приповерхностный слой при облучении ионами $\text{H}_2 + 2\% \text{O}_2$ плазмы, или захват водорода и его десорбция происходили с примерно равными скоростями?

Особенности развития явления АПП на вольфраме и на поверхности вольфрама, покрытом слоем алюминия, позволяют заключить, что тритий, внедряемый в вольфрамовые тайлы дивертора ИТЭР, может быть удален при периодическом их облучении потоками атомов дейтерия. Близость параметров оксидных слоев бериллия и алюминия позволяет предположить, что подобным же образом можно будет проводить детритизацию диверторных тайлов, покрытых слоем бериллия, и бериллиевых тайлов первой стенки ИТЭР.

4.3. Интенсивность явления АПП при различных концентрациях кислорода в рабочем газе

На рис. 3, *а, б*, в качестве примера, приведены изменения состава рабочего газа при облучении стенок плазменной камеры атомами дейтерия в течение 240 минут в рабочих газах $\text{D}_2 + 0,5\% \text{O}_2$ и $\text{D}_2 + 30\% \text{O}_2$ соответственно. Видно, что концентрации водородсодержащих молекул (H_2 , HD, H_2O , HDO) резко увеличиваются в начале атомарного облучения стенок и затем медленно уменьшаются. При этих и других, использованных в экспериментах концентрациях кислорода, содержания водородсодержащих молекул в рабочем газе выходили на плато через примерно 150 минут. Поэтому скорости десорбции атомов водорода из стенок плазменной камеры рассчитывались во временном интервале 150–200 минут.

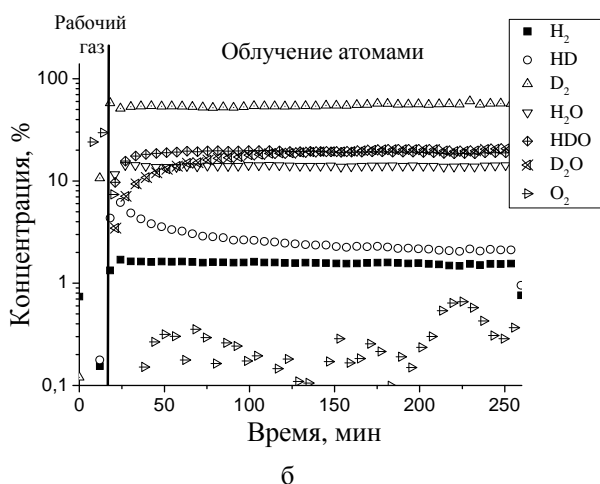
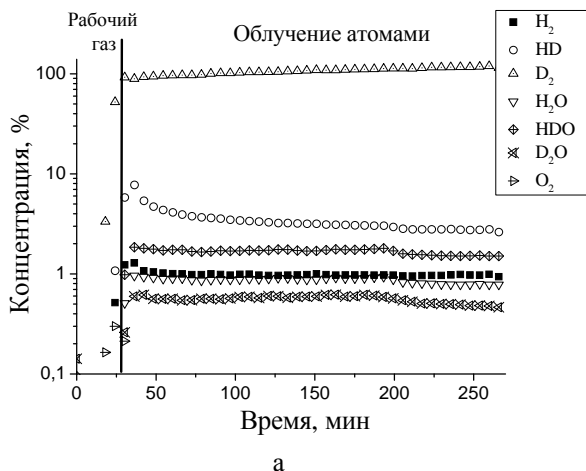


Рис. 3. Изменение состава рабочего газа при облучении стенок плазменной камеры атомами дейтерия в течение 240 минут в рабочем газе: а – D₂ + 0,5 % O₂; б – D₂ + 30 % O₂

Данные табл. 4 показывают, что с увеличением концентрации кислорода в рабочем газе растет скорость десорбции водорода при облучении ионами D₂ + x % O₂, хотя рост скорости десорбции и происходит медленнее, чем увеличение концентрации кислорода в рабочем газе.

Таблица 4

Скорость десорбции водорода из стенок камеры при ее облучении атомами дейтерия в рабочем газе разного состава во временном интервале облучений от 150 до 200 минут. Температура стенок 200 °С

Концентрация кислорода (ат. %) в рабочем газе $D_2 + x \% O_2$	Скорость десорбции водорода из стенок камеры во временном интервале от 150 до 200 минуты, $\times 10^{18}$ ат./м ² сек
0,5	0,37
2	0,51
10	0,86
20	1,2
30	1,4

В табл. 5 приведены количества выделившихся из стенок атомов водорода и захваченных в стенки атомов дейтерия, а также их отношение при их облучении атомами дейтерия в рабочем газе разного состава. Видно, что количества выделившегося из стенок водорода и захваченного дейтерия растут с увеличением концентрации кислорода. Причем из стенок десорбируется больше водорода, чем захватывается в стенки дейтерия. Величина отношения десорбции водорода к захвату дейтерия возрастает с 2,8 до 7,0 при увеличении концентрации кислорода в рабочем газе с 0,5 % до 30 %. Таким образом, общее количество изотопов водорода в стенках плазменной камеры уменьшается в результате облучения ионами водородной плазмы с примесью кислорода, то есть степень обезгаживания стенок увеличивается по мере увеличения концентрации кислорода в рабочем газе. Эти результаты показывают, что явление АПП может использоваться для обезгаживания стенок вакуумных камер плазменных и термоядерных установок.

Таблица 5

Количества выделившегося водорода и захваченного в стенки дейтерия при их облучении атомами дейтерия в рабочем газе разного состава. Температура стенок 200 °С

Концентрация кислорода в рабочем газе $D_2 + x \% O_2$, (ат. %)	Количество, водорода, выделившегося из стенок (N_H), $\times 10^{21}$ ат/м ²	Количество дейтерия захваченного в стенки (N_D), $\times 10^{21}$ ат/м ²	N_H/N_D
0,5	3,1	1,1	2,8
2	4,7	1,3	3,6
10	10,0	1,7	5,9
20	14,2	2,6	5,5
30	18,1	2,6	7,0

В табл. 6 сравнивается активность явления АПП в зависимости от концентрации кислорода в рабочем газе при облучении стенок плазменной камеры из нержавеющей стали атомами дейтерия при температурах 40 °С (работа [12]) и 200 °С (данная работа). В работе [12] длительности экспериментов бы-

ли различными при разных концентрациях кислорода в рабочем газе, поэтому сравниваются данные для первых 40 минут облучения при этих температурах. Видно, что увеличение температуры с 40 до 200 °С привело к незначительной активизации десорбции водорода.

Таблица 6

Количество водорода, выделившегося из стенок плазменной камеры при ее облучении атомами дейтерия в рабочем газе разного состава при температурах 40 и 200 °С

Концентрация кислорода в рабочем газе (ат. %)	Количество атомов водорода, выделенных при температурах 40 и 200 °С из стенок плазменной камеры за первые 40 минут облучения ($N_{H,40}$, $N_{H,200}$), и их сравнение		
	$N_{H,200}$ (10^{21} ат./м ²)	$N_{H,40}$ (10^{21} ат./м ²)	$N_{H,200}/N_{H,40}$
0,5	0,8	0,6	1,33
2	1,2	1,0	1,20
10	1,9	1,7	1,12
20	2,8	2,0	1,40
30	3,4	2,9	1,17

5. Заключение и выводы

1. В работе исследовались особенности развития явления АПП (активированного проникновения изотопов водорода через поверхность при облучении кислородом и атомами/ионами водорода) в различных экспериментальных условиях. В частности, эксперименты проводились с образцами никеля, не имеющего поверхностного оксида, и вольфрама с оксидным поверхностным слоем, исследовался транспорт изотопов водорода через поверхность алюминиевого покрытия на вольфраме и между вольфрамом и покрытием в процессе его облучения водородной плазмой с примесью кислорода. Определялась зависимость явления АПП от температуры поверхности и концентрации кислорода в рабочем газе.

2. При выполнении экспериментов было обнаружено:

– облучение поверхности никеля при температуре 500 К ионами $H_2 + 2\% O_2$ плазмы с энергией 50 эВ не приводило к заметному изменению количества предварительно внедренного дейтерия и «технологического» водорода в образце;

– облучение оксидированной поверхности вольфрама в таких же условиях активировало десорбцию около половины предварительно внедренного дейтерия и проникновение в вольфрам водорода остаточного газа;

– облучение оксидированной поверхности алюминиевого покрытия в таких же условиях инициировало проникновение внедренного в вольфрам дейтерия в алюминиевый слой и десорбцию из слоя примерно такого же его количества, как при отсутствии алюминиевого покрытия. В то же время, захвата водорода остаточного газа практически не происходило.

3. Результаты экспериментов свидетельствуют о том, что явление АПП не является специфичным для нержавеющей стали. Оно развивается на окси-

дированных поверхностях вольфрама и алюминия и не проявляется на никеле, не имеющем оксидированной поверхности.

4. Исследована зависимость явления АПП от температуры поверхности и концентрации кислорода в облучающем потоке в экспериментах со стенкой плазменной камеры. Показано, что увеличение температуры стенок с 40 до 200 °С не приводит к существенной активизации десорбции водорода при ее облучении кислородом и атомами дейтерия при различных концентрациях кислорода в рабочем газе. Скорость десорбции водорода из стенок плазменной камеры при 200 °С возрастала с $0,37 \times 10^{18}$ до $1,40 \times 10^{18}$ ат./м²с при ее облучении кислородом и атомами дейтерия, когда концентрация кислорода в рабочем газе увеличилась с 0,5 до 30 %. Причем десорбция водорода превышала захват дейтерия. Их отношение возросло с 2,8 до 7,0 в этом интервале концентраций кислорода.

5. Сделано заключение о том, что явление активированного проникновения изотопов водорода через поверхность можно использовать для обезгаживания (детритизации) стенок плазменных камер и контактирующих с плазмой элементов современных термоядерных установок и строящегося ИТЭР.

Список литературы

1. Zhang G., Wang X., Xiong Y., etc. *Int. J. of Hydr. En.* 38 (2013) 1157–1165.
2. Kurokawa H, Oyama Y, Kawamura K, etc. *J. of Electrochem. Soc.* 151 (8) (2004) 1264–1268.
3. Ishikawa Y., Nemanic V. *Vacuum* 69 (2003) 501–5123).
4. Verbeke J. M., Leung K. N., Vujic J. *Appl. Rad. and Isot.* 53 (2000) 801–809.
5. Monnin C., Bach P., Tulle P. A., etc. *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res A.* 480 (2002) 214–222.
6. McIntyre N. S., Weisener C. G., Davidson R. D. *J. of Nucl. Mater.* 178 (1991) 80–92.
7. Cox B. *J. of Nucl. Mater.* 264 (1999) 283–294.
8. Elmoselhi M. B. *J. of Alloys and Compounds* 231 (1995) 716–721.
9. Mitchell D. *J. of Vac. Scien. Tech. A* 2 (1984) 780–783.
10. Smith T. *J. of Nucl. Mater.* 18 (1966) 323–336.
11. Dvoichenkova O., Airapetov A. *Physics Procedia* 71 (2015) 93–98.
12. Begrambekov L. B., Grunin A. V., Kaplevsky A. S., etc. *J. of Surf. Inv. X-ray, Synch. and Neut. Tech.* 9 (2015) 190–195.
13. Nakamura H., Higashijima S., Isobe K., etc. *Fus. Engin. and Design* 70 (2004) 163–173.
14. Airapetov A., Begrambekov L., Bremond S., etc. *J. of Nucl. Mater.* 415 (2011) 1042–1045.