

УДАЛЕНИЕ КИСЛОРОДА ИЗ УГЛЕГРАФИТОВОГО КОМПОЗИТА, ОБЛУЧЕННОГО В ДЕЙТЕРИЕВОЙ ПЛАЗМЕ С ПРИМЕСЬЮ КИСЛОРОДА

А. А. Айрапетов, Л. Б. Беграмбеков, А. А. Кузьмин, П. А. Шигин

Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ", г. Москва
arshi@plasma.mephi.ru

Введение

Кислород является одной из основных и наиболее опасных примесей, особенно в термоядерных установках, использующих графиты или углеграфитовые композиты (CFC) в качестве контактирующих с плазмой материалов. Взаимодействие кислорода со стенкой приводит к ее интенсивному разрушению и загрязнению плазмы. Внедряясь в графитовые тайлы, кислород накапливается в них в больших количествах, что существенно затрудняет его удаление из установки. При совместном облучении с дейтерием захват, как кислорода, так и дейтерия резко увеличивается. Для удаления кислорода из тайлов они подвергаются облучению ионами дейтериевого тлеющего или высокочастотного разрядов, специально зажигаемых в установке. Вместе с тем, процессы, приводящие к удалению кислорода из углеродных материалов при облучении ионами дейтерия, до сих пор изучены не достаточно, и, поэтому, процедуру удаление кислорода не удастся оптимизировать. Работа посвящена исследованию закономерностей процессов, приводящих к удалению кислорода из углеграфитового композита типа CFC N11 (Франция) при его облучении ионами дейтериевой плазмы.

Экспериментальная установка и методика проведения экспериментов

Исследование проводилось на стенде для термодесорбционного анализа (рис.1). Установка предназначена для облучения образцов в плазме и для измерения количества захваченного газа методом термодесорбционной спектроскопии (ТДС). Она представляет собой вакуумную камеру (1) с монопольным масс-спектрометром (ММС) типа МСХ-4 (2), установленным на ней и соединенным с плазменной камерой (3). Плазменная камера содержит систему электродов (анод (4), накаливаемый катод (5) для поджига газового разряда (6)) и узел крепления образца (7). На держателе образца (8) крепятся исследуемый образец (9) и нагреватель образца (10). Размеры образца были $10 \cdot 10 \cdot 1,5 \text{ мм}^3$. Вольфрамовый нагреватель образца установлен с его тыльной стороны. Нагрев образца осуществляется тепловым излучением нагретого вольфрама и пучком ускоренных термоэлектронов. Плазменная камера и держатель (8) активно охлажда-

даются водой. Температура образца измеряется W–W–Re термопарой, закрепленной в отверстии в боковой стенке образца. Форма нагревателя и конструкция узла крепления (7) обеспечивают однородный нагрев образца с точностью $\pm(5-10)$ К.

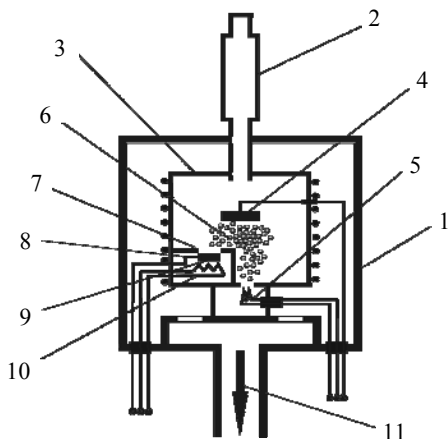


Рис. 1. Схема установки для термодесорбции 1 – вакуумная камера, 2 – спектрометр, 3 – плазменная камера, 4 – анод 5 – накальный катод, 6 – газоразрядная плазма, 7 – узел крепления образца, 8 – держатель образца, 9 – образец, 10 – нагреватель образца, 11 – вакуумная откачка

Для абсолютной калибровки ММС десорбция газа из образца моделировалась потоком газа, напускаемого в плазменную камеру через калиброванный натекатель. Это позволяет установить соответствие между потоком газа (H_2 , O_2 , CH_4) через натекатель, давлением в плазменной камере и сигналом ММС.

Эксперименты проводились в следующем порядке: 1) внедрение кислорода при облучении в дейтериевой плазме с примесью кислорода; 2) облучение разными дозами в чистой дейтериевой плазме для удаления кислорода; 3) термодесорбционный анализ захваченных газов.

Известно, что существует два механизма внедрения ионов при облучении твердого тела: потенциальный и кинетический [1]. При облучении ионами дейтерия потенциальный механизм является основным, если энергия бомбардирующих ионов меньше ≈ 200 эВ, кинетический механизм превалирует, если энергия бомбардирующих ионов больше ≈ 200 эВ. Для исследования были выбраны две характерные энергии внедрения ионов: 100 и 400 эВ, чтобы выяснить зависимость эффективности удаления кислорода от механизма его внедрения в образец.

Параметры облучения образцов в дейтериевой плазме с примесью кислорода были следующими: энергия бомбардирующих ионов $E_i = 100, 400$ эВ/ат, доза облучения $\Phi = 5 \cdot 10^{19}$ ат/см², плотность потока ионов $j = 1 \cdot 10^{16}$ ат/(см²·с), температура образца во время облучения $T_s = 120, 200$ °С, концентрация ионов кислорода в плазме 2 %.

Параметры облучения образцов в чистой дейтериевой плазме ("чистка") были следующими: энергия бомбардирующих ионов $E_i = 100, 400$ эВ/ат, доза облучения $\Phi = (2 \div 50) \cdot 10^{18}$ ат/см², плотность потока ионов $j = 3 \cdot 10^{15}$ ат/(см²·с).

Скорость нагрева образцов во время термодесорбционного анализа составляла 5 К/с.

Экспериментальные результаты

В результате исследования была получена зависимость количества десорбирующихся атомов кислорода от дозы облучения в чистой дейтериевой плазме (дейтериевая "чистка"). Кислород десорбировался в основном в составе молекул CO. Десорбция кислорода, в составе молекул воды и CO₂ было меньше 1 %. На рис. 2. представлены полученные зависимости. Из рисунка видно, что распыление образца на толщину до 50 нм, что больше толщины зоны внедрения ионов дейтерия с энергией 400 эВ, не приводит к заметному уменьшению количества кислорода в образце. Дальнейшее распыление образца ускоряет удаление кислорода. Наклон кривых на рис. 2 на большем их протяжении остается постоянным. Это свидетельствует о постоянной скорости удаления кислорода после окончания первого периода распыления и до значительного уменьшения количества кислорода в CFC. Для удаления всего кислорода необходимо было распылить слой толщиной порядка 500 нм при "чистке" с энергией облучения 100 эВ, и порядка 1000 нм при "чистке" с энергией 400 эВ. Однако, время "чистки" с энергией 400 эВ оказывалась существенно меньшим, чем ионами с энергией 100 эВ (рис. 3). Следует подчеркнуть, что эти соотношения оставались неизменными независимо от энергии ионов при облучении CFC в плазме с примесью кислорода. Десорбция кислорода не изменялась при изменении температуры образца от 200 до 120 °С.

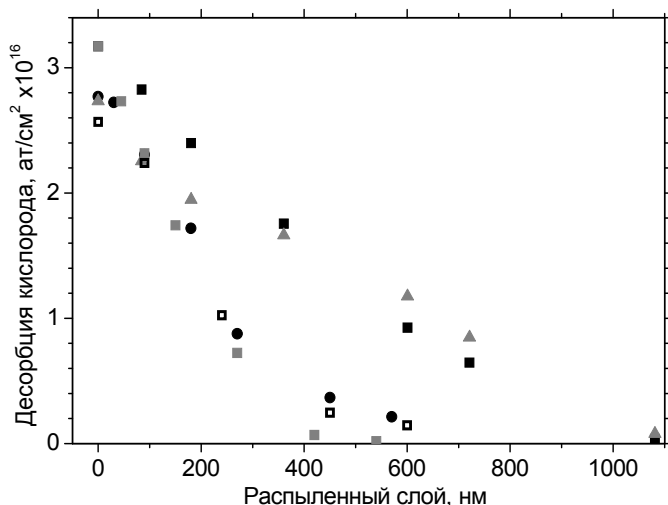


Рис. 2. Количество кислорода, десорбировавшегося из образца, в зависимости от толщины распыленного слоя: ■ внедрение с энергией 400 эВ, "чистка" с энергией 400 эВ, $T_s = 200$ °С; ▲ внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 400 эВ, $T_s = 200$ °С; ■ внедрение с энергией 400 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 200$ °С; □ внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 200$ °С; ● внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 200$ °С

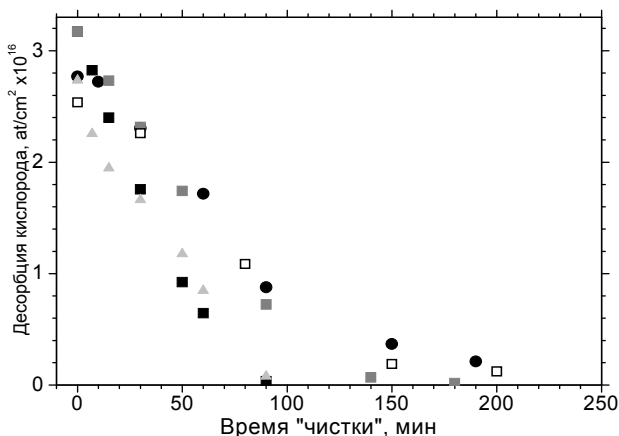


Рис. 3. Количество кислорода, десорбировавшегося из образца, в зависимости от времени "очищающего" облучения: ■ внедрение с энергией 400 эВ, "чистка" с энергией 400 эВ, $T_s = 200$ °C; ▲ внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 400 эВ, $T_s = 200$ °C; ■ внедрение с энергией 400 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 200$ °C; □ внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 200$ °C; ● внедрение с энергией 100 эВ, "чистка" с энергией 100 эВ, $T_s = 120$ °C

Обсуждение экспериментальных результатов

Энергии бомбардирующих образец ионов кислорода и дейтерия одинаковы при облучении в дейтериевой плазме с примесью кислорода. Глубина проникновения ионов кислорода много меньше глубины проникновения ионов дейтерия с той же энергией. Во время одновременного облучения атомы дейтерия проникают через слои графита, насыщенный атомами кислорода. Другими словами, удерживаемые в CFC атомы кислорода находятся в области каскадов столкновений, порождаемых быстрыми ионами дейтерия. Вместе с атомами углерода они участвуют в каскадах столкновений, порождаемых тормозящимися ионами дейтерия. Основная часть атомов мишени, участвующих в каскадах, получает импульс, направленный в глубину мишени. Выбитые со своих мест и перемещенные в глубину мишени атомы кислорода образуют там новые химические связи с углеродными атомами. После этого они остаются на своих местах до тех пор, пока не окажутся вовлеченными в один из следующих каскадов столкновений. Таким образом, при совместном облучении атомы кислорода распространяются на всю глубину внедрения ионов дейтерия. Это означает, что CFC (графитах), подверженных облучению в дейтериевой плазме с примесью кислорода, слой большей толщины насыщается кислородом, по сравнению со случаем облучения ионами кислорода той же энергии в ионно-лучевой установке. В результате, при больших дозах облучения удержание кислорода в первом случае оказывается большим, чем во втором.

Перемещение внедренных атомов в глубину за счет рассмотренных выше процессов происходит также и при "чистящем" облучении. Это объясняет, почему для удаления кислорода требуется распылить слой CFC, намного превосходящий толщину слоя внедрения.

Для выяснения того, почему скорость удаления кислорода при "чистке" оказалась постоянной, оценим скорость перемещения атомов кислорода в глубину графита.

Количество атомов мишени (N), принимающих участие в каскадах столкновений, может быть оценено, как $N = T/2T_d$, где T – это энергия первого выбитого атома, T_d – это энергия связи атома мишени. Величина T_d для атомов C может быть взята равной ≈ 15 eV.

Для используемых в исследовании энергий ионов средняя энергия первого выбитого атома может быть определена как

$$T = 1/2 E_D \left[4M_D M_C / (M_D + M_M)^2 \right],$$

где E_D – энергия дейтона, $M_D = 2$ а. е. м. – масса атома дейтерия, и $M_M = 12$ а. е. м. или 16 а. е. м. – массы атомов углерода или кислорода.

Величина $T = 20-25$ eV, для энергий ионов $E_i = 100$ эВ, и $T \approx 100$ эВ, для $E_i = 400$ эВ. Каждый атом дейтерия, бомбардирующий поверхность CFC с энергией 100 эВ может выбить со своих мест около 4–5 атомов мишени, и, как минимум, 11–16 атомов могут быть выбиты со своих мест ионами с энергией 400 eV. Это означает, что скорость перемещения атомов кислорода в глубину материала гораздо больше скорости их удаления из графита за счет распыления поверхности ионами. Поэтому, распыляемые поверхностные слои будут обеднены кислородом, а на определенном расстоянии от распыляемой поверхности будет достигаться максимальная для данных условий концентрация кислорода. Толщина слоя максимальной концентрации будет постепенно уменьшаться по мере удаления кислорода в процессе распыления поверхности. Однако во все время его существования будет сохраняться стабильный профиль концентрации кислорода в приповерхностной области, а, следовательно, и постоянная скорость удаления кислорода

Зависимость скорости удаления кислорода от энергии ионов "чистящего" облучения, становится понятной из следующих рассуждений. Отношение коэффициентов распыления графита ионами дейтерия с энергиями 400 и 100 эВ равно $Y_{400 \text{ эВ}} / Y_{100 \text{ эВ}} \approx 1,5-1,6$. Это отношение меньше отношения количества атомов, смещенных в каскадах столкновений, образованных ионами с такими энергиями: $N_{400} / N_{100} \approx 4$. То есть, при энергии "чистящего" облучения 400 эВ удаление внедренных атомов кислорода от распыляемой поверхности в объем образца происходит интенсивнее и на большую глубину, чем при энергии "чистящего" облучения 100 эВ. В результате, концентрация кислорода в распыляемых приповерхностных слоях оказывается более высокой при "чистке" с энергией 100 эВ и, соответственно, большее количество кислорода удаляется с распылением каждого углеродного слоя. Поэтому, для полного удаления кислорода ионами дейтерия с энергией 100 эВ требуется распылить меньший слой, чем при удалении кислорода ионами дейтерия с энергией 400 эВ.

Для выбора оптимальных параметров "чистки" в условиях токамака можно предложить облучение ионами дейтерия с энергией ≈ 200 эВ. При этом интенсивность перемещения внедренных атомов кислорода в глубину CFC будет меньше, чем при облучении ионами дейтерия с энергией 400 эВ. В то же время, коэффициент распыления графита ионами дейтерия с энергией 200 и 400 эВ практически одинаковы. Можно предполагать, что полное удаление кислорода при "чистке" с энергией 100 эВ будет произведено за время 50–60 мин.

Заключение

В работе проведено исследование закономерностей удаления кислорода из CFC путем облучения ионами дейтерия. Выяснено, что кислород, практически, не удаляется при распылении слоя графита, толщиной сравнимой с глубиной внедрения ионов кислорода. При продолжении облучения кислород удаляется с постоянной скоростью, которая при энергии ионов 100 эВ оказывается большей, чем при энергии 400 эВ.

Высказано предположение о том, что при совместном облучении ионами дейтерия и кислорода атомы кислорода распространяются на всю глубину внедрения дейтерия, благодаря участию в каскадах столкновений, образуемых тормозящимися ионами дейтерия. Этот же процесс во время дейтериевой "чистки" приводит к перемещению внедренных атомов кислорода в глубину, уменьшению их концентрации в поверхностных распыляемых слоях и, в конечном итоге, к замедлению удаления кислорода из CFC. Приводятся соображения, объясняющие, наблюдаемую зависимость скорости "чистки" от энергии ионов дейтерия. Сделано заключение, что оптимальной энергией ионов дейтерия для удаления кислорода является 200 эВ.

Список литературы

1. Begrambekov L., Brosset C., et al. JNM, 390–391, 15 June 2009. P. 589–592.