

ЗАХВАТ ВОДОРОДА В УГЛЕГРАФИТОВЫЙ КОМПОЗИТ ПРИ АТОМАРНОМ И ЭЛЕКТРОННОМ ОБЛУЧЕНИИ

А. А. Айрапетов, Л. Б. Беграмбеков, А. Е. Евсин

Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ», г. Москва
lexhair@plasma.mephi.ru

В работе представлены результаты исследования захвата водорода в углеграфитовый композит при облучении атомами водорода и электронами. Проанализированы зависимости захвата водорода от времени атомарного облучения, спектры термодесорбции водорода из углеграфитового композита, облученного в разных условиях. Сделаны выводы о закономерностях и механизмах захвата водорода при атомарном облучении и при облучении электронами.

1. Введение

Проблема захвата и удержания изотопов водорода в графитовых материалах является одной из важнейших для токамаков и других термоядерных установок с графитовыми элементами первой стенки и диверторов. Несмотря на большое количество работ, посвященных данному вопросу, до сих пор остаются недостаточно изученными аспекты этой проблемы. В частности, до настоящего времени не до конца выявлен вопрос о роли атомарной и электронной бомбардировки в захвате газа в графит. Анализируя характер захвата водорода в углеграфитовые материалы, облученные в газоразрядной плазме, авторы работы [1] пришли к выводу о том, что захват водорода в графитовые материалы определяется не только имплантируемыми быстрыми ионами плазмы, но может стимулироваться и электронами плазмы за счет энергии их неупругих взаимодействий с поверхностью. Предполагается, что при таких взаимодействиях в приповерхностных слоях создаются активные центры, способные обеспечить диссоциацию сорбированных молекул дейтерия, проникновение атомов дейтерия через поверхность и их захват. Однако при облучении поверхности в плазме наряду с электронами с графитом взаимодействует водород в виде молекул, атомов, положительных и отрицательных ионов. Поэтому авторам работы не удалось разделить влияние электронов и атомов и отрицательных ионов на захват газа в графит. В данной работе было изготовлено устройство позволяющее проводить облучение атомами и электронами, и была проведена серия экспериментов по изучению захвата дейтерия в углеграфитовый композит CFC при облучении электронами и тепловыми атомами дейтерия.

2. Экспериментальная установка и методика эксперимента

Для проведения экспериментов по облучению образцов электронами в газе была модернизирована установка «МИКМА» (Многофункциональный исследовательский комплекс масс-спектрометрического анализа) [2]. Установка (рис. 1) позволяет облучать образцы электронами, атомами, плазмой, а также проводить термодесорбционный анализ образцов без их перемещения по атмосфере.

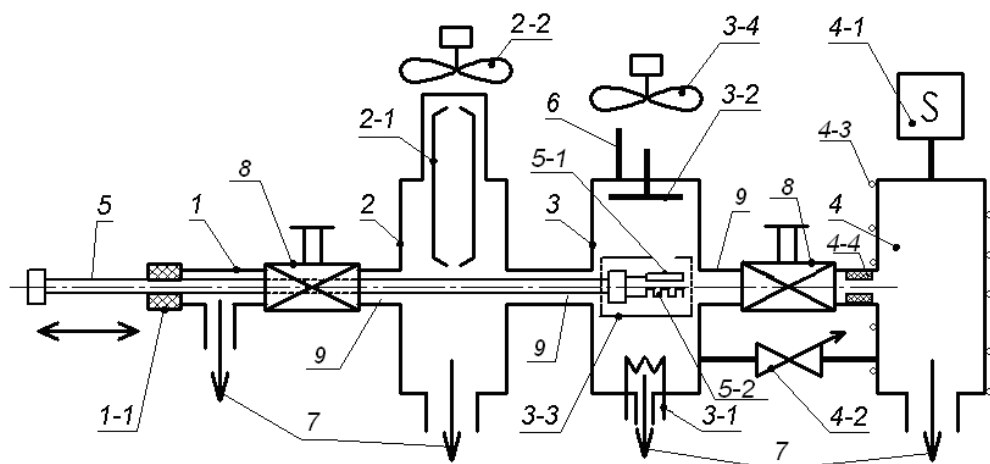


Рис. 1. Схема экспериментальной установки «МИКМА»: 1 – шлюзовая камера; 1-1 – уплотнение; 2 – камера электронного и атомарного облучения; 2-1 – устройство для облучения электронным и атомарным потоками; 2-2 – воздушное охлаждение; 3 – плазменная камера; 3-1 – накаливающий катод; 3-2 – анод; 3-3 – защитный кожух; 3-4 – воздушное охлаждение; 4 – ТДС камера; 4-1 – квадрупольный масс-спектрометр; 4-2 – натекатель; 4-3 – водяное охлаждение; 4-4 – уплотнение; 5 – ввод образца; 5-1 – образец; 5-2 – нагреватель образца; 6 – ввод рабочего газа; 7 – направление откачки; 8 – проходные затворы; 9 – соединительные патрубки

Основными частями установки являются шлюзовая камера (1), камера электронного и атомарного облучения (2), плазменная камера (3), камера ТДС-анализа (4), и подвижный ввод с системой крепления и нагрева образца (5), с помощью которого осуществляется перемещение образца между камерами. Напуск рабочего газа осуществляется через патрубок 6.

Для проведения экспериментов использовался углеграфитовый композит CFC N11 (Франция). Размеры исследуемых образцов составляли $7 \times 7 \times 1$ мм. Перед облучением образцы отжигались в вакууме до температуры 1500 К. Для проведения экспериментов был сконструирован и собран прибор, генерирующий потоки атомов водорода и электронов. Основными частями прибора являлись накаливающая вольфрамовая спираль ($T \sim 1500$ К), служащая атомизатором дейтерия и источником электронов, и система электродов и диафрагм, ускоряющих электроны и формирующих облучающие мишень потоки атомов и электронов. Предельный вакуум равен $5 \cdot 10^{-7}$ Торр, основной компонент остаточного газа – пары воды. Рабочее давление дейтерия составляло $P_{\text{раб}} = 1 \cdot 10^{-3}$ Торр.

Энергия электронов варьировалась от 100 до 400 эВ, поток электронов на образец был равен $1 \cdot 10^{16} e^- / (\text{см}^2 \cdot \text{с})$. Температура образца при облучении – $T_{\text{обр}} = 600\text{--}630$ К. Облучение атомами длилось от 1 до 180 мин. Время облучения электронами было 80 мин. Это время выбрано, так как при атомарном облучении (неизбежном при облучении электронами) за это время достигается насыщение (см. рис. 5) и погрешность по времени не приведет к большим изменениям количества захваченного дейтерия за счет облучения атомами.

После облучения образец перемещался в камеру ТДС-анализа, где проводился термодесорбционный анализ (скорость нагрева 5 К/с, максимальная температура 1500 К). При анализе регистрировались следующие газы: D_2 , HD, H_2 , H_2O , HDO, D_2O . Основная часть дейтерия десорбировалась в составе D_2 и HD.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

3.1. Эксперименты по атомарному облучению

На рис. 2. представлены спектры термодесорбции (ТДС-спектры) дейтерия в составе D_2 из образцов, после облучения атомарным потоком в течение различного времени. Спектры газовой выделенности из образцов, время облучения которых было менее 80 мин, содержат два основных пика – низкотемпературный (800–850 К) и высокотемпературный (1200–1250 К).

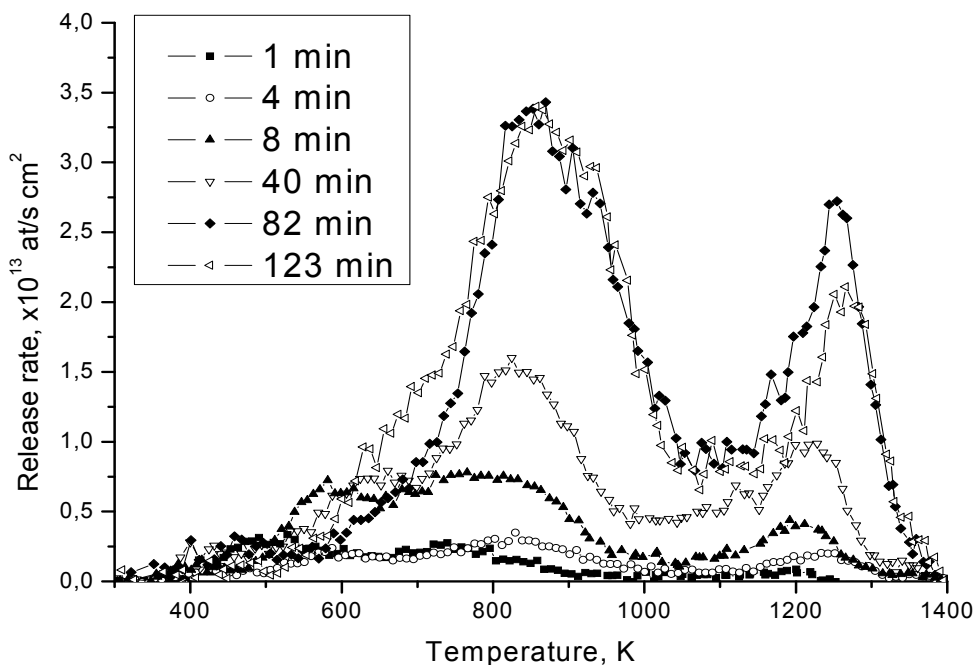


Рис. 2. ТДС спектры дейтерия в составе молекул D_2 из образцов, облученных тепловыми атомами дейтерия при разных временах облучения

Основываясь на выводах работы [1], в которой авторы ставят в соответствие положение пиков ТДС-спектров водорода из графитов с механизмами захвата и типами водородных ловушек, на основании приведенных результатов можно сделать следующие выводы. Высокотемпературный пик свидетельствует о захвате дейтерия в ловушки, существование которых не связано с облучением графита ионами, атомами или электронами (к примеру, краевые дислокации). Появление низкотемпературного пика связано с десорбцией частиц, захваченных по потенциальному механизму, при котором за счет энергии неупругого взаимодействия атомов водорода (или электронов) с поверхностью создаются активные центры, благодаря которым происходит как захват самих облучающих атомов, так и диссоциация сорбированных на поверхности молекул, с последующим захватом их компонент.

При больших временах облучения (82 и 123 мин) помимо вышеуказанных пиков появляется пик при температуре около 950 К, который наблюдается при облучении ионами и связывался авторами [1] с захватом дейтерия в ловушки в зоне торможения ионов. Такие ловушки создаются за счет кинетической энергии быстрых частиц при торможении. Таким образом, можно предположить, что при атомарном облучении при увеличении количества захваченного дейтерия возрастает дефектность структуры и появляются ловушки, сходные с дефектами, созданными быстрыми ионами в зоне их торможения.

На рис. 3 представлены ТДС-спектры HD из образцов, облученных тепловыми атомами дейтерия при разных временах облучения. Видно, что происходит захват не только атомов облучающего потока и дейтерия, сорбированного на поверхности, но и происходит стимуляция захвата водорода из сорбированного на поверхности слоя воды. При этом водород захватывается в те же ловушки, что и дейтерий – в потенциальные, в появляющиеся за счет увеличения дефектности структуры при накоплении в CFC больших концентраций водорода, и в ловушки, существующие в материале без внешнего воздействия. Так как пик на 950 К в спектре десорбции HD более явно выражен, чем в спектре D₂, и скорость диффузии водорода больше, чем скорость диффузии дейтерия, можно предположить, что соответствующие ловушки находятся не только в приповерхностном слое, но и в глубине образца. Общее количество захваченного водорода составляет приблизительно 30 % от количества захваченного дейтерия.

На рис. 4. показано количество D₂ и HD, вышедшее в разных частях спектров – в низкотемпературном пике, соответствующему потенциальному захвату и в высокотемпературном пике, соответствующему захвату в «глубине» образца. Видно, что характер зависимости количества захваченного газа от времени для дейтерия и водорода разный. Дейтерий в основном заполняет приповерхностные ловушки и хуже проходит в глубину, в то время как водород, при малых временах облучения захватывается в основном в приповерхностные ловушки, а с увеличением времени облучения более интенсивно диффундирует в глубину и захватывается там. Захват водорода в глубине образца в итоге даже превосходит по величине захват в приповерхностные ловушки. Видно, что со временем захват в оба типа ловушек выходит на насыщение. Соответственно, и общее количество захваченного дейтерия выходит на насыщение (рис. 5.).

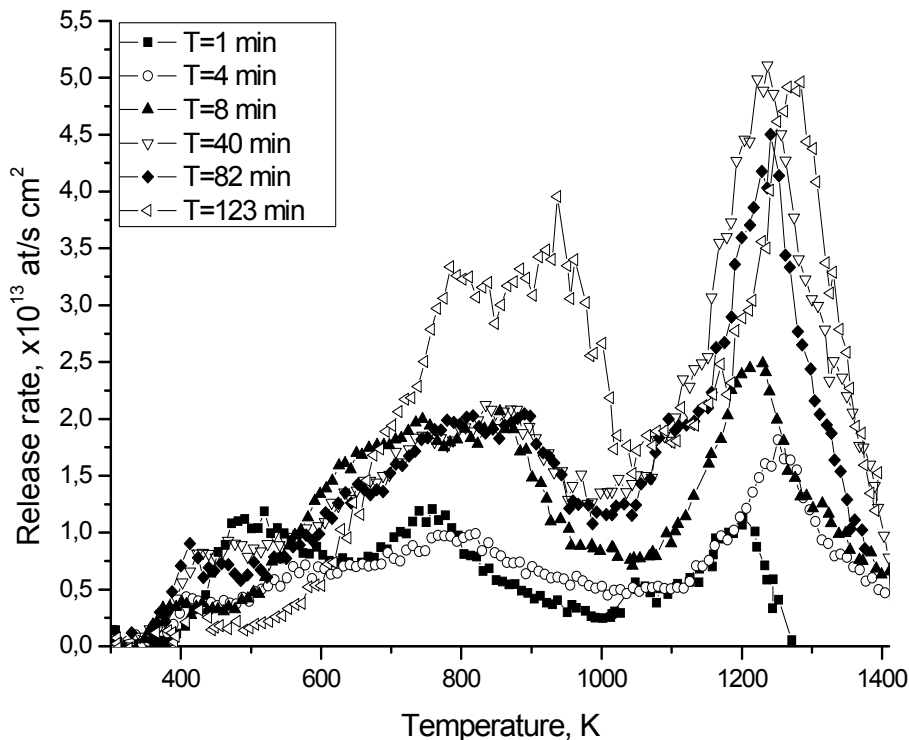


Рис. 3. ТДС спектры HD из образцов, облученных тепловыми атомами дейтерия при разных временах облучения

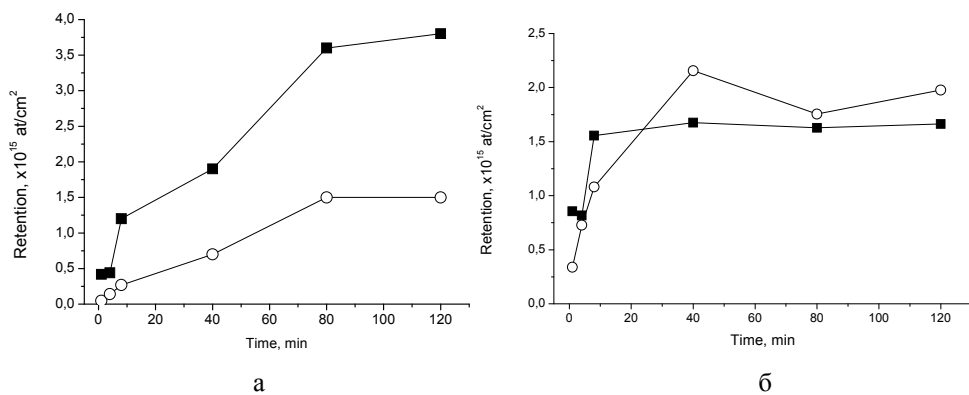


Рис. 4. Рост захвата газа в приповерхностной области и в «глубине» образца со временем облучения атомами для D_2 (а) и HD (б) (■ – низкотемпературный пик, соответствующий потенциальному захвату, о – высокотемпературный пик, соответствующий захвату в «глубине» образца)

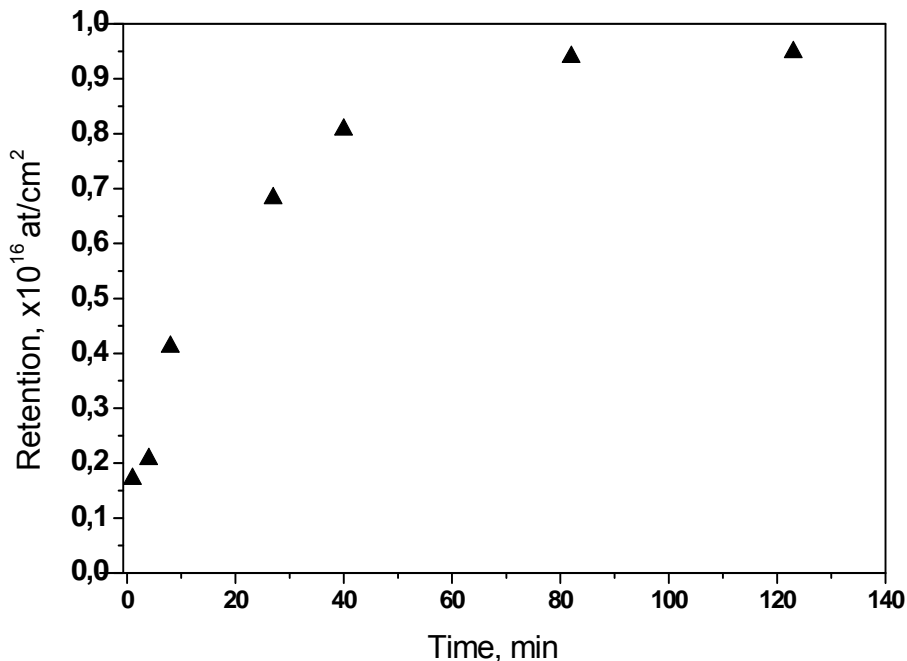


Рис. 5. Зависимость количества захваченного дейтерия в зависимости от длительности атомарного облучения

Замедление роста низкотемпературного пика связано с насыщением газом приповерхностного слоя. Если предположить, что при насыщении отношение концентраций дейтерия к углероду $D: C = 0,4$ [3], то, зная число атомов дейтерия, удерживающегося в приповерхностной области (вышедших в составе D_2 и HD при температуре меньшей 1000 К), которое составляет $5,2 \cdot 10^{15}$ ат/см², можно оценить число атомов углерода в области существования данного типа ловушек как $1,3 \cdot 10^{16}$ ат/см². То есть, механизм возникновения этих ловушек действует на глубине не меньшей, чем 13 монослоев.

3.2. Эксперименты по облучению электронами

На рис 6. представлены спектры десорбции дейтерия из образцов, облученных электронами. На спектрах видно, что при низких энергиях электронов захват осуществляется по потенциальному механизму в ловушки в приповерхностной области (пик при 800 К), а также в глубине образца (пик при 1200–1300 К). При облучении электронами с энергией 150 эВ на спектрах дейтерия начинает появляться пик при 950 К. Выше (раздел 3.1) было упомянуто, что аналогичный пик, наблюдается при создании быстрыми ионами ловушек в зоне торможения.

При увеличении энергии растет количество ловушек, созданных в зоне торможения, за счет кинетической энергии электронов. Это приводит как к захвату атомов непосредственно в эти ловушки (рост пика на 950 К), так и к увеличению диффузии вглубь образца, где атомы дейтерия захватываются в неразрушенной области (рост пика на 1200 К).

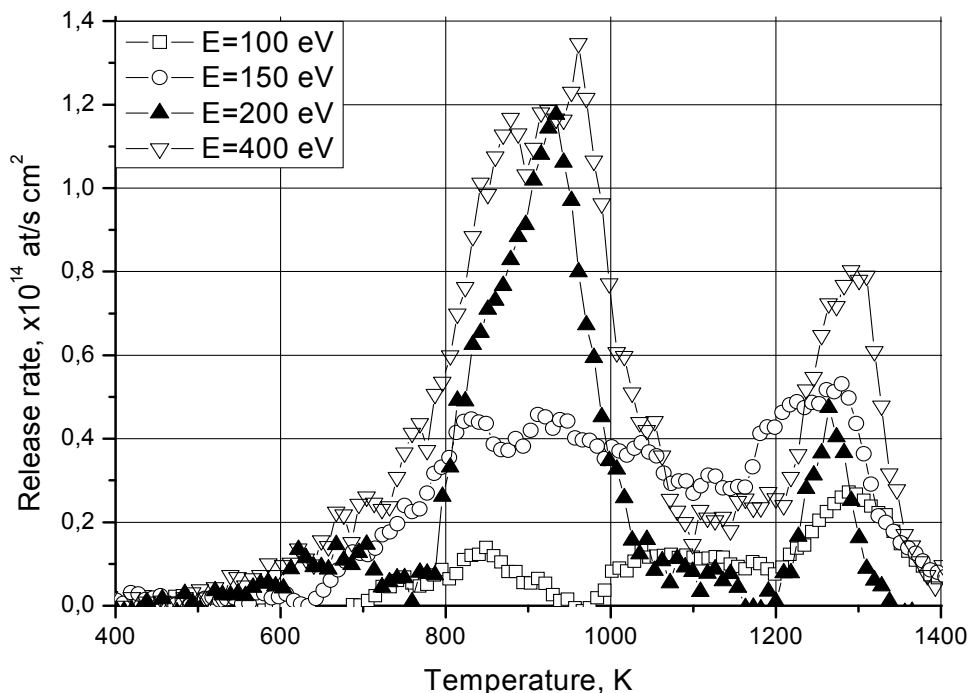


Рис. 6. ТДС спектры дейтерия после электронного облучения образца при различных энергиях электронов

Выводы

На основе проделанных экспериментов можно сделать следующие выводы:

При облучении поверхности СFC тепловыми атомами дейтерия происходит захват водорода из слоя сорбции воды и дейтерия. Дейтерий и водород захватываются в ловушки трех типов: ловушки, связанные со структурой образца (краевые дислокации и др.); ловушки, созданные по «потенциальному» механизму; ловушки, появившиеся при большой степени дефектности структуры при большом количестве захваченного водорода.

Дейтерий в большей степени захватывается в приповерхностной области, а водород в силу большей диффузионной способности – в глубине образца.

Облучение углеграфитового композита электронами с энергиями 100–400 эВ приводит к захвату дейтерия из сорбированных на поверхности молекул.

Электроны с энергией более 150 эВ разрушают структуру поверхностных слоев графита, что приводит к появлению на спектре ТДС пиков, соответствующих тем, что наблюдались при создании быстрыми ионами ловушек в зоне торможения. Подобное воздействие электронов увеличивается с ростом их энергии. С ростом энергии облучающих электронов за счет увеличения количества ловушек в зоне торможения увеличивается диффузия дейтерия, что приводит к увеличению количества дейтерия, захваченного в глубине.

Список литературы

1. Айрапетов А. А., Беграмбеков Л. Б., Вергазов С. В., Кузьмин А. А., Смирнов В. М., Шигин П. А. Известия РАН. Сер. Физическая. 2010. Т. 74, № 2. С. 248.
2. Беграмбеков Л. Б., Айрапетов А. А., Вергазов С. В., Кузьмин А. А., Шигин П. А., Садовский Я. А. ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. 2010, № 3. С. 52.
3. Roth J., Scherzer B. M. U., Blewer R. S. et al. Trapping, detrapping and replacement of keV hydrogen implanted into graphite // J. Nucl. Mater. 1980. Vol. 93–94. P. 601.

HYDROGEN TRAPPING IN CFC UNDER ELECTRON AND ATOM IRRADIATION

A. A. Ayrapetov, L. B. Begrambekov, A. E. Yevsin

National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow

In this work the results of investigation of hydrogen retention in CFC under atom and electron irradiation are presented. Dependences of hydrogen trapping on irradiation time, TDS-spectra of hydrogen from CFC, irradiated in different conditions, are analyzed. Some conclusions about dependences and mechanisms of hydrogen trapping under atom and electron irradiation are proposed.