УДК 539.216.539.22;538.91-405;548;620.18

ИЗМЕНЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛЬФРАМА И ГРАФИТА ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ БОЛЬШИХ ПОТОКОВ ПЛАЗМЫ

Ю.В. Мартыненко, Б.И. Хрипунов, В.Б. Петров (РНИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия)

На плазменной установке ЛЕНТА с прямым магнитным полем исследована динамика состава поверхности материалов. Экспозиции в стационарной плазме были подвергнуты вольфрам WL 10, содержащий 1% La_2O_3 , и графит РГ-Т с добавкой титана. Дозы ионов, полученные на поверхности, составили $\geq 10^{21}$ ион·см $^{-2}$. Эксперименты проведены при различных энергиях ионов и температурах поверхности, использованы также различные рабочие газы. Вольфрам WL 10 облучён в дейтериевой плазме при энергии ионов ~20 и 200 эВ при температуре 340 К. Экспозиция графита РГ-Т проводилась при температуре 1400 К (моделирование временных интервалов между событиями ELM). Повышенная температура (около 1050 К) была также реализована в экспериментах с вольфрамом, облучавшимся в азотной плазме. Наблюдалось изменение микроструктуры поверхности, обнаружено изменение состава поверхности материалов, отражающее влияние больших потоков плазмы на перераспределение элементов в поверхностных слоях.

Ключевые слова: вольфрам, графит, модификация поверхности, экспозиция в плазме.

TUNGSTEN AND CARBON SURFACE CHANGE UNDER HIGH DOSE PLASMA EXPOSURE. Yu.V. MARTYNNENKO, B.I. KHRIPUNOV, V.B. PETROV. Study of surface composition dynamics has been made on the LENTA linear plasma simulator. Experiments have been made on tungsten and carbon materials subjected to steady-state plasma exposure. The achieved ion doses on the surface were at $\geq 10^{21}$ ion·cm $^{-2}$. WL 10 tungsten containing 1% of La_2O_3 and titanium-doped graphite RG-T were studied. Energy of ions, surface temperature and working gas were varied in these experiments. Irradiations of tungsten WL 10 were executed in deuterium plasma at ion energies ~20 and 200 eV at temperatures below 340 K. Graphite RG-T was exposed at 1400 K (simulated inter-ELMs condition). Elevated surface temperature (about 1050 K) was also characteristic of experiments on tungsten under nitrogen plasma impact. Surface microstructure modification has been observed and surface composition changes were found on the materials showing influence of high dose plasma on element redistribution in the near surface layers.

Key words: tungsten, graphite, surface modification, plasma exposure.

ВВЕДЕНИЕ

Одной из задач физики ИТЭР, относящихся к управлению потоками энергии и частиц, является минимизация эрозии материалов как при нормальной работе, так и во время переходных событий, а также соответствующий выбор этих материалов [1]. На сегодняшний день в качестве материалов, обращённых к плазме, принят углеродный материал (композит) для облицовки в области сепаратрисы в диверторе и вольфрам в остальной его части. В число рабочих режимов дивертора входит режим с «оторванной» (detached) плазмой, характеризующийся снижением потока ионов и понижением энерговыделения на поверхности дивертора в месте её пересечения с сепаратрисой. Благодаря взаимодействию плазмы с газом электронная температура падает до значений около 1 эВ, что приводит к усилению излучения и снижению потока энергии на поверхность дивертора. Однако, принимая во внимание высокие тепловые нагрузки на диверторную мишень 5—10 МВт/м 2 в стационарном режиме и ещё более высокие нагрузки, отвечающие импульсным событиям и переходным процессам, вызывающим возрастание теплового потока, необходимость экспериментального исследования эрозии этих материалов при воздействии плазмы в таких условиях приобретает особую важность. Предполагается, что в нормальных условиях диверторная мишень будет работать в потоке с плотностью около 10^{24} м $^{-2}$ ·с $^{-1}$, электронная и ионная температуры вблизи неё будут около нескольких эВ и что она будет иметь повышенную температуру поверхности (~1000—1500 К). В присутствии переходных процессов (например, ELM) возможны её повышения с выходом за эти значения.

Известно, что в результате ионной бомбардировки в поверхностном слое материалов может происходить перераспределение элементов. Физическое распыление инициирует диффузионные процессы, приводя к появлению градиентов концентрации, напряжений и сегрегации. К наиболее важным факторам, оказывающим существенное влияние на эти процессы, относятся плотность падающего потока ионов, энергия ионов, температура поверхности материала. Плазма является источником ионных потоков, достаточных для инициирования процессов перераспределения и, как следствие, изменения свойств ма-

териала. При воздействии плазмы процессы перераспределения имеют место одновременно с эрозией и изменением рельефа поверхности материала. Образующаяся микроструктура поверхности и её развитие оказывают существенное влияние на процессы в поверхностном слое.

Нами, например, наблюдались ранее модификация поверхности вольфрама в дейтериевой плазме при очень низких энергиях ионов и высоких флюенсах облучения и явление подпорогового распыления [2], причём на поверхности наблюдалось появление наноразмерной структуры [3]. При воздействии дейтериевой плазмы на графит РГ-Т (РФ) мы также наблюдали изменение поверхности. Были обнаружены образование столбчатых структур и перераспределение титана в сторону их вершин, причём была возможна потеря титана (испарение) при мощных плазменных импульсах [4, 5].

Изменение состава поверхности также имеет место в том случае, когда одновременно применяются различные материалы и наблюдается эффект смешивания. Примеси поступают со стороны плазмы в виде продуктов эрозии стенки, они могут переосаждаться на поверхности и проникать в материал.

В данной работе мы приводим результаты экспериментального исследования динамики состава поверхности вольфрама и графита при воздействии на них больших потоков плазмы. В экспериментах на пучково-плазменной установке ЛЕНТА с аксиальным магнитным полем моделировались условия дивертора ИТЭР, близкие к тем, которые ожидаются при отрыве плазмы.

Работа, состоящая из двух частей, сосредоточена на следующих явлениях. Первая часть — изучение динамики состава поверхности W и C в дейтериевой плазме при низких энергиях ионов (на эВ уровне), что соответствует газовому дивертору, и сравнение изменений поверхности с эффектом при более высоких энергиях (на уровне сотен эВ).

Вторая часть работы — это эксперименты с азотной плазмой, что продиктовано успешными результатами работ на установке ASDEX [6] с подачей N_2 в пристеночный слой, показавшими ослабление краевых локализованных мод (ELM) и улучшение удержания плазмы. Для изучения роли элементного состава плазмы в процессах изменения поверхности была исследована динамика состава поверхности вольфрама, содержащего примесь окиси лантана, под воздействием азотной плазмы при высоких температурах поверхности, соответствующих временным интервалам между ELM-событиями.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Экспериментальное исследование действия плазмы на материалы было проведено на модельной плазменной установке ЛЕНТА с аксиальным магнитным полем. ЛЕНТА представляет собой генератор стационарной плазмы [7], в котором для получения плазмы используется пучково-плазменный разряд (ППР). Схема установки приведена на рис. 1. Плазма генерируется в постоянном магнитном поле 0,1—0,2 Тл. Пучково-плазменный разряд служит источником, создающим поток плазмы. Он осуществляется в разрядной зоне с помощью проходящего через неё электронного пучка. Электронный инжектор разме-

Рис. 1. Схема плазменной установки ЛЕНТА с аксиальным магнитным полем, используемой для моделирования дивертора. Показано положение образцов в плазменном столбе

щён на оси камеры в одном из её концов. Инжектор имеет вольфрамовый катод косвенного накала диаметром 20 мм и молибденовый водоохлаждаемый анод. Электроны ускоряются в поле с напряжением 1—6 кВ, ток пучка составляет 0,1—3 А. Плазма образуется в результате взаимодействия электронного пучка с первичным газом, подаваемым в разрядную зону. В этой части плазма поглощает большую часть энергии пучка.

На установке возможны два вида ППР: пучково-плазменный разряд в магнитном поле и разряд в скрещенных полях $\mathbf{E} \times \mathbf{B}$, когда в дополнение к магнитному применяется радиально направленное электрическое поле. Параметры плазмы и радиальная структура плазменного столба зависят от выбранного вида разряда. На основе анализа плазменных условий в данном случае был выбран первый вид разряда, как наиболее подходящий для целей настоящей работы и позволяющий моделировать условия стационарной плазмы в промежутках между ELM-событиями.

В этом варианте разряда (ППР в магнитном поле) плазма создаётся в виде столба, занимающего объём самого электронного пучка (см. рис. 1), диаметром 2 см в разрядной зоне. Вдоль магнитного поля плазма вытекает из неё в соседний отсек, в котором создаётся газовая мишень путём подачи в него вторичного газа с повышенным давлением, соответствующим дивертору токамака. Плазменный поток взаимодействует с газом и поступает на коллектор (мишень), охлаждаемый водой.

Система дифференциальной откачки, включающая турбомолекулярные и двухроторный насосы, обеспечивает необходимое давление газа в различных отсеках установки. Давление по длине установки изменяется и составляет 10^{-1} — 10^{-3} торр в газовой мишени, 10^{-3} — 10^{-4} торр — в разрядной зоне и достигает до 10^{-5} — 10^{-6} торр в отсеке электронного инжектора.

Параметры плазмы измеряются электрическими зондами Ленгмюра, размещёнными в различных точках вдоль оси установки и перемещающимися в радиальном направлении. Для анализа оптического излучения и состава газа во время разряда при экспозиции образцов материалов использовались оптический монохроматор МДР-6 и изотопный масс-спектрометр МИ-1201. Тепловыделение на поверхности мишени измерялось с помощью калориметра. В разных узлах установки и на исследуемых образцах устанавливались термопары для измерения температуры, которая также контролировалась с помощью оптического пирометра.

Выбор материалов для исследования был сделан, исходя из следующих соображений. Материал должен содержать примеси или легирующие добавки, которые могут служить индикаторами изменения элементного состава поверхностного слоя. Поэтому на данной стадии были взяты два следующих материала. В качестве вольфрамового материала был взят вольфрам марки WL 10 (PLANSEE), содержащий 1% La_2O_3 , с учетом интереса к применению этого материала в термоядерных системах. Из углеграфитовых материалов был взят графит марки РГ-Т (РФ), характеризующийся высокой теплопроводностью и содержащий титан в качестве добавки (в форме TiC) до 7%.

Для наблюдения изменений состава поверхности необходимо было обеспечить накопление достаточно высокой ионной дозы. На установке ЛЕНТА в выбранном режиме работы накопление ионного флюенса на уровне 10^{21} — 10^{22} ион/см² получается за период 1—10 ч работы. В данной работе экспозиция образцов в плазме длилась в течение промежутка времени, необходимого для достижения ионного флюенса на поверхности около 10^{21} ион/см² и более.

Образцы могли помещаться параллельно плазменному столбу и поперёк него (см. рис. 1). Соответственно этому были разработаны два вида держателей образцов. Их конструкция предусматривала контроль температуры и отвод тепла с помощью водяного охлаждения. Для измерения температуры образцов в ходе экспозиции на них устанавливались термопарные датчики. Боковой держатель был изолирован от камеры и позволял устанавливать необходимую разность потенциалов между образцом и плазмой (потенциал смещения) и регулировать таким образом энергию бомбардирующих ионов на поверхности в интервале 10—500 эВ. В данной работе использованы обе возможности расположения образцов при облучении плазмой — вдоль и поперёк плазменного столба (см. рис. 1) в зависимости от требуемых условий.

Анализ микроструктуры поверхности проводился с помощью электронных микроскопов JEOL и INCA Zeiss. Оценка коэффициента эрозии основывалась на измерениях потери веса и полного потока ионов на поверхность. Химический состав экспонированных образцов определялся с помощью рентгеновского микроанализа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Состав поверхности вольфрама WL 10, содержащего 1% La_2O_3 . Изменения состава поверхностного слоя исследовались на образцах, изготовленных из вольфрама марки WL 10 (PLANSEE), содержащего 1% La_2O_3 . Образцы имели форму диска диаметром 0,8 см, толщиной 3 мм (рис. 2). Они подвергались подготовке путём механической полировки и очистки в ультразвуковой ванне. В этих экспериментах изменялись энергия падающих ионов, температура поверхности, использованы разные рабочие газы — дейтерий и азот.

Влияние изменения энергии ионов в дейтериевой плазме. В экспериментах по выяснению влияния уровня энергии ионов на состав поверхностного слоя был использован вольфрам WL 10 и было проведено сравнение результатов для двух случаев:

- энергия ионов на поверхности 200 эВ;
- низкая энергия ионов ~ 20 эВ.

В обоих случаях температура облучаемых образцов поддерживалась на низком уровне для исключения её влияния на изучаемые явления. Температура контролировалась с помощью термопар, устанавливаемых на обратной стороне образцов, и в ходе облучения плазмой благодаря водяному охлаждению держателя не превышала 340 К.

Образцы помещались в разрядной зоне, как показано на рис. 1. В качестве рабочего газа использовался дейтерий. В этой серии экспозиция образцов проводилась при рабочих параметрах инжектора $0,85 \text{ А} \times 4 \text{ кВ}$. Параметры плазмы измерялись зондами и в обоих случаях поддерживались на одном и том же уровне: плотность плазмы $N_e = 1,5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$, электронная температура $T_e = 6 \text{ эВ}$. Давление нейтрального газа в разрядной зоне было $(0,8\text{—}1,0) \cdot 10^{-4}$ торр. Длительность экспозиции выбиралась так, чтобы флюенс ионов на поверхности достигал 10^{21} ион/см^2 . Плотность ионного тока составляла $0,15 \text{ А/см}^2$. Энергия ионов определялась потенциалом смещения, который поддерживался на уровне $U_{\text{см}} = -200 \text{ В}$ в первом случае и $U_{\text{см}} = 0$ — во втором. Поэтому энергия ионов была 200 и ~ 20 эВ ($3,5 T_e$) соответственно.

До и после обработки плазмой был проведён анализ поверхности с помощью электронного микроскопа. Рельеф поверхности и его модификация показаны на рис. 3—5. С помощью рентгеновского мик-

Рис. 2. Вольфрамовый образец, содержащий 1% La_2O_3 , в охлаждаемом держателе после облучения в дейтериевой плазме

Рис. 3. Микроструктура поверхности вольфрама WL 10 в исходном состоянии: а — $\times 1000$; б — $\times 10\,000$

Рис. 4. Спектр элементов на поверхности W, содержащего 1% La_2O_3 , в исходном состоянии (на фотографии указана площадь усреднения)

Рис. 5. Микроструктура поверхности вольфрама WL 10 после облучения в дейтериевой плазме при $E_i = 200 \text{ эВ}$: а — $\times 1000$; б — $\times 6000$; в — $\times 20\,000$. Кругом выделено включение окиси лантана

роскопа проводилось также изучение состава поверхности образцов. Состояние поверхности необлученного образца показано на рис. 3. На этой фотографии видна достаточно ровная поверхность со следами механической полировки и поверхностными дефектами. На рис. 4 приведены спектр элементов и фотография поверхности необлученного образца.

После экспозиции в плазме наблюдаются изменения поверхности. На рис. 5, *а* приведён вид образца WL 10 после облучения в плазме при энергии ионов 200 эВ, на котором видны характерные признаки, отличающие облучённую поверхность: присутствие на ней светлых пятен микронного масштаба (рис. 5, *а*, ср. с необлученной поверхностью рис. 3). Анализ структуры этих пятен при повышенном увеличении (рис. 5, *б*, *в*) показывает, что они представляют собой включения, выходящие на поверхность в результате воздействия плазмы.

Анализ химического состава свидетельствует о том, что вскрывающиеся включения являются окисью лантана (чувствительность метода измерений $< 0,1\%$). В качестве примера на рис. 6 показан спектр, полученный в конкретной точке поверхности, соответствующей появившемуся на ней выделению, и его элементный состав (таблица). Присутствие некоторой примеси углерода может быть связано либо с методом производства данного материала, либо со спецификой подготовки образцов для эксперимента (механическая полировка).

Элемент	Весовой %	Атомный %
C	2,91	10,15
O	26,18	68,48
La	70,91	21,37

Рис. 6. Спектр элементов в точке (помечена крестиком) и соответствующий ей элементный состав WL 10 после экспозиции в дейтериевой-плазме при $E_i = 200$ эВ

Аналогичные результаты получены и во втором случае, когда энергия ионов была низкой (~ 20 эВ). На рис. 7 показана структура поверхности WL 10 после экспозиции в дейтериевой плазме в таких условиях. В этом случае мы также на-

Рис. 7. Поверхности вольфрама WL 10 после облучения в дейтериевой плазме при энергии ионов 20 эВ. Второе фото (*б*) было сделано в контрастном режиме СЭМ и показывает разницу в составе элементов на поверхности — тёмные участки соответствуют элементам с более лёгкими массами

ходим появление включений окиси лантана. Результаты анализа состава поверхности WL 10 после облучения в плазме при $E_i \approx 20$ эВ иллюстрируются на рис. 8. На фото крестиком помечена выбранная для анализа область (тёмная точка, появившаяся на поверхности), на рис. 8, б показан спектр элементов в этом пятне. Здесь химический состав включения (таблица на рис. 8) также соответствует окиси лантана. Плотность включений на поверхности в этом случае является более низкой, чем при $E_i = 200$ эВ, а сами включения — менее развитыми (ср., например, рис. 8, а с рис. 6, а).

Наблюдаемые нами изменения в составе поверхности происходят на фоне процесса эрозии поверхности вольфрама WL 10 и в том, и в другом случае. Ранее мы проводили эксперименты с 99,95%-ным вольфрамом в дейтериевой плазме при энергии ионов 200—250 эВ, в которых был оценен коэффициент эрозии и получены его значения $Y \sim (2—3)10^{-3}$ ат./ион. В данной работе также были выполнены измерения потери веса образцов. Оценка коэффициента эрозии на основе этих измерений с учётом полного ионного потока на поверхность дала значение $Y \sim 3 \cdot 10^{-4}$ ат./ион при малой энергии ионов (20 эВ).

Азотная плазма, высокая температура поверхности. Был проведён анализ динамики состава поверхности вольфрама, содержащего примесный материал, под действием азотной плазмы при повышенных температурах поверхности, что отвечает состоянию материала между ELM-событиями. Эксперименты были инициированы, исходя из новых результатов, полученных в работе [6], по положительному влиянию примеси N_2 на условия в диверторе и пристеночном слое.

В азотной плазме облучался такой же образец вольфрама WL 10, как и в описанных в опытах с дейтерием. В этой серии, помимо замены рабочего газа, изменения касались температуры поверхности: облучение проводилось при высокой температуре образца и поддерживалось на уровне 1030—1070 К, чтобы создать более близкие к промежуткам между ELM-событиями условия. Образец размещался в разрядной зоне в боковой позиции по отношению к плазменному столбу (см. рис. 1).

Эксперименты были проведены в следующих условиях. В разрядную зону в качестве рабочего газа подавался азот. Образец экспонировался при $1,2 \text{ А} \times 4 \text{ кВ}$ на инжекторе. Параметры плазмы были измерены с помощью зондов: плотность плазмы $N_e = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$, электронная температура $T_e = 8$ эВ. Давление нейтрального газа (N_2) в разрядной зоне $P_n = (0,8—1,0) \cdot 10^{-4}$ торр. Длительность экспозиции составила 1,5 ч, и на поверхности был получен ионный флюенс $F = 1,1 \cdot 10^{21}$ ион/см². Полный ионный ток на образец равнялся 33 мА, а энергия ионов задавалась потенциалом смещения $U_{см} = -100$ В.

Структура поверхности образца в начальном состоянии была такая же, как и в предыдущих опытах (см. рис. 3 и 4).

Далее приводятся результаты, полученные после облучения в азотной плазме, — изменения структуры поверхности (СЭМ) и её состава (микроанализ).

Элемент	Весовой %	Атомный %
C	3,78	15,93
O	18,21	57,55
La	56,93	20,73
W	21,07	5,80

Рис. 8. Спектр элементов вольфрама WL 10 после облучения в дейтериевой плазме при энергии ионов 20 эВ, снятый в точке, помеченной крестиком. В таблице показан элементный состав

На рис. 9 показаны фотографии поверхности вольфрама WL 10, сделанные в двух режимах работы электронного микроскопа: на рис. 9, а приведена фотография поверхности в контрастном режиме, в котором выявляется разница масс элементов, присутствующих на поверхности, — тёмный оттенок отвечает более легкой массе элемента. На рис. 10 включения с более легкой массой показаны с большим увеличением. Анализ элементного состава показывает, что они представляют собой окись лантана, окружённую вольфрамом. Спектр элементов, снятый в центре точечного включения, представлен на рис. 11. Крестиком отмечена точка, в которой регистрировался спектр, результат анализа дан в таблице рис. 11. Видно, что включение является зерном окиси лантана, выходящим на поверхность. Видно также, что после облучения в азотной плазме на поверхности отчётливо выявляются кристаллиты вольфрама (см. рис. 9—11).

Для приведённых условий данного эксперимента оценка коэффициента эрозии WL 10 в азотной плазме даёт значение $Y \sim 2,9 \cdot 10^{-2}$ ат./ион.

Элемент	Весовой %	Атомный %
O	19,84	68,25
La	80,16	31,75

Рис. 9. Микроструктура поверхности WL 10 после облучения в азотной плазме ($E_{\text{ион}} = 100$ эВ, $T_{\text{пов}} = 1050$ К): а — рельеф, б — фото в контрастном режиме

Рис. 10. Включения с лёгкими массами на поверхности вольфрама WL 10 после облучения в азотной плазме при разных увеличениях

Рис. 11. Спектр в точке, соответствующей включению на поверхности WL 10 (обозначена крестиком), снятый после облучения образца в азотной плазме

Графит РГ-Т в дейтериевой плазме. Образцы графита РГ-Т подвергались экспозиции в дейтериевой плазме. Образец размещался в зоне взаимодействия и устанавливался поперёк плазменного столба (см. рис. 1). Давление нейтрального газа в этой части установки было 10 мторр. Это значение отвечает уровню, получаемому в диверторе токамака при работе с подачей в него газа. Вблизи мишени плотность плазмы составляла $(2-4)10^{11}$ см⁻³, а электронная температура была около 2 эВ. Энергия ионов была на низком уровне и не превышала 10 эВ (потенциал смещения отсутствовал). Был получен полный поток ионов на поверхность 10^{21} ион/см². На рис. 12 показан графитовый образец 3×4×1 см, установленный в приёмной мишени, в ходе облучения дейтериевой плазмой. Температура в центре горячего пятна на образце составляла 1400 К. Она определялась потоком тепла из плазмы на поверхность и теплоотводом через тело образца толщиной 0,6 см, охлаждаемого с обратной стороны.

Рис.12. Графитовый образец РГ-Т во время экспозиции в дейтериевой плазме

Размеры образца превышали размеры области, находящейся в контакте с плазмой, поэтому на одном образце имелись различные условия — область облучения (центральная часть) и необлучаемая область (периферия). Анализ, проведённый в этих областях, выявил различия, возникающие

после облучения. Во-первых, микроструктура поверхности материала в результате облучения изменилась в сторону появления тонких удлиненных структурных элементов (пример облученной поверхности показан на рис. 13). Во-вторых, были обнаружены отличия в составе поверхности. В то время, как титановая добавка была зарегистрирована на исходной и необлученной поверхностях РГ-Т (на уровне нескольких % вес.), на части поверхности образца, подвергшейся облучению в плазме, присутствие титана обнаружено не было.

На рис. 14 показана поверхность графита до облучения, а также спектр элементов, усредненный по указанной на фото площади. Результат измерения означает, что материал представляет собой углерод с добавкой титана в количестве 4% вес. (см. таблицу на рис. 14). Анализ, проведенный в области облучения после экспозиции, не выявил присутствия титана в графите в пределах точности измерений. Пример анализа поверхности РГ-Т после её облучения в дейтериевой плазме в указанных условиях приведен на рис. 15. Представленный на нём спектр свидетельствует о наличии чистого углерода и отсутствии титана в отличие от результата измерения на необлученном материале.

Рис. 13. Поверхность графита РГ-Т после облучения в дейтериевой плазме при температуре 1400 К

Элемент	Весовой %	Атомный %
C	95,96	98,96
Ti	4,04	1,04

Рис. 14. Микроструктура поверхности (фото), спектр элементов и состав (таблица) графита РГ-Т в исходном состоянии

Элемент	Весовой %	Атомный %
C	100,00	100,00

Рис. 15. Результат анализа элементного состава РГ-Т после облучения в дейтериевой плазме показывает отсутствие титана на поверхности

Скорость эрозии была определена с помощью измерения потери веса и составила $5,6 \cdot 10^{-8}$ г/(см²·с). По измерениям параметров плазмы была сделана оценка полного потока ионов, поступившего на поверхность, и с его учетом получено значение коэффициента эрозии. Он составил $6,2 \cdot 10^{-3}$ ат./ион, что соответствует химической природе процесса эрозии.

Обсуждение. Исследование элементного состава поверхности материалов, содержащих добавки, под воздействием бомбардировки в плазме показывает, что процессы, определяющие поведение добавок и примесей в поверхностном слое, не являются однозначными.

Длительное облучение исследованных материалов в стационарной плазме, обеспечивающей накопление на поверхности ионного флюенса более $\sim 10^{21}$ ион/см², позволяет выявить связь процесса эрозии с изменениями элементного состава. В случае вольфрама WL 10, содержащего 1% La₂O₃, на поверхности обнаружено появление точечных выделений окиси лантана, в то время как подобные включения на поверхности материала в исходном состоянии перед обработкой в плазме не наблюдались. Можно также полагать, что другие факторы облучения тоже существенно влияют на изучаемый процесс. Хотя в данной работе эффект изменения состава поверхности не изучен в необходимой степени количественной детализации, результаты проведенных экспериментов показывают, что факторы, определяющие процесс эрозии (энергия ионов, температура поверхности, состав плазмы, поток ионов), также играют важную роль в динамике состава поверхности. Так, экспозиция вольфрама WL 10 в дейтериевой плазме при энергиях 20 и 200 эВ приводит к более сильному эффекту во втором случае, т.е. при больших энергиях. Наиболее сильно проявился эффект на вольфраме при экспозиции в азотной плазме при повышенной температуре поверхности (~ 1050 К). В этом случае как эрозия, так и появление окиси лантана на поверхности хорошо проявились. Наблюдаемый эффект можно объяснить следующим образом. Начальная механическая обработка приводит к удалению включений La₂O₃ с поверхности, а после облучения на ней появляются те включения, которые были исходно в глубине поверхностного слоя, при обработке в плазме они вскрываются.

По результатам той части работы, которая относится к вольфраму, можно полагать, что включения La₂O₃ появляются на поверхности в результате эрозии. Эффект имеет место даже при низких энергиях ионов D⁺ на уровне 20 эВ. В данном случае наиболее подходящей моделью может служить подпороговое распыление. Подпороговое распыление представляет собой потенциальное распыление адсорбированных атомов [2]. Ранее нами уже наблюдалось развитие тонкой структуры поверхности в дейтериевой плазме при высокой температуре (рис. 16), которая может способствовать генерации адатомов на поверхности. Вольфрам WL 10 представляет собой спеченный материал, имеющий в состоянии поставки мелкую структуру (рис. 17, заимствованный из [8]), способную служить источником адатомов на поверхности даже при комнатной температуре. Проявление включений возрастает с ростом энергии и массы ионов. Кристаллическая структура вольфрама отчетливо выявляется благодаря зависимости распыления от расположения кристаллических плоскостей.

Другой механизм, очевидно, имеет место в эффектах на графите РГ-Т при высокой температуре (1400 К).

Рис. 16. Тонкая структура поверхности вольфрама после экспозиции в дейтериевой плазме при температуре 1500 К и энергии ионов ~ 5 эВ: *a* — монокристалл; *б* — WL 10 (масштабная метка 1 мкм)

Рис. 17. Микроструктура WL 10 в состоянии поставки (ПЭМ) (взято из работы [8])

Регистрируя примесь титана в количестве несколько % вес. на необлученной поверхности, мы не обнаружили присутствия титана на поверхности после облучения в дейтериевой плазме. Таким образом, в данном случае происходит не обогащение поверхности примесью, а совершенно наоборот, потеря титановой добавки. Ранее в экспериментах с графитом РГ-Т на установке ЛЕНТА было показано, что происходит концентрирование Ti на концах конусов, образующихся на поверхности под действием плазмы (рис. 18: стационарная D-плазма, $E_i = 200$ эВ, $N_e = 10^{12}$ см⁻³, $T_e = 10$ эВ, $F = 10^{26}$ м⁻²; *a* — $T_s = 1040$ К, столбчатая структура; *b* — $T_s = 1300$ К, периодическая террасная структура). В случае данных экспериментов можно полагать, что титан также собирается на концах тонких нитевидных поверхностных элементов (см. фото облученной поверхности на рис. 13). Средняя температура (равная здесь 1400 К) измерена пирометром и может быть ниже локальных значений на тонких нитевидных элементах структуры, где температура может быть достаточной для испарения Ti.

Итак, по графиту РГ-Т можно предположить следующее. Движущая сила механизма связана с образованием рельефа поверхности при эрозии в плазме: поведение Ti определяется его переносом в результате диффузии к более горячим участкам, а затем происходит его испарение с наиболее горячих тонких элементов структуры. Рельеф поверхности РГ-Т и динамика состава поверхности сильно зависят от температуры поверхности при облучении.

Рис. 18. РГ-Т после облучения в дейтериевой плазме при высоких температурах

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На плазменной установке ЛЕНТА с прямым магнитным полем проведено моделирование дивертора с целью исследования динамики состава поверхности. Изучались два материала — вольфрам WL 10, содержащий 1% La_2O_3 , и графит РГ-Т с добавкой титана на уровне несколько процентов. Большая часть исследования проведена в дейтериевой плазме. Флюенс ионов на обрабатываемой поверхности достигал $\geq 10^{21}$ ион/см². На указанных материалах проведён анализ модификации поверхности.

Вольфрам WL 10 экспонировался в дейтериевой плазме при двух значениях энергии ионов 20 и 200 эВ при низкой температуре поверхности (менее 100 °C). Образцы этого вольфрама облучались также в азотной плазме при энергии 100 эВ и при повышенной температуре (~1050 K).

В составе поверхности материалов наблюдались изменения, свидетельствующие о влиянии больших потоков плазмы на перераспределение элементов в поверхностном слое. Предполагается, что природа наблюдаемых изменений различна для разных материалов.

Результаты, полученные на вольфраме WL 10, свидетельствуют о появлении точечных включений окиси лантана на поверхности, причём эффект сильнее проявляется при большей энергии и более высокой температуре поверхности. Наиболее сильный эффект обнаружен при экспозиции материала в азотной плазме (по сравнению с дейтериевой плазмой), когда отчетливо проявилась также кристаллическая структура поверхности. Изменения состава поверхности вольфрама $\text{W} + 1\%\text{La}_2\text{O}_3$ обусловлены эрозией, а собственно перераспределение элементов не наблюдалось. Травление поверхности возможно и при энергии ионов D^+ 20 эВ и усиливалось с энергией и массой ионов.

На графите РГ-Т наблюдался совсем другой эффект динамики состава поверхности, вызываемой плазмой. Титан на поверхности, облучённой в дейтериевой плазме при высокой температуре (1400 K), не был обнаружен. Это объясняется перераспределением титановой добавки и её потерей с поверхности при облучении. Динамика состава поверхности графита РГ-Т является результатом миграции титана и его испарения с поверхности. Перераспределение титана в РГ-Т сильно зависит от температуры поверхности.

Работа выполнена при поддержке МАГАТЭ, исследовательский контракт № 14073.

REFERENCES

1. Progress in the ITER Physics Basis. — FE, 2007, vol. 47, № 6.
2. Guseva M.I., Gureev V.M., Kolbasov B.N. et al. Subthreshold sputtering at high temperatures. — JETP Letters, 2003, vol. 77, № 7, pp. 362—365.
3. Guseva M.I., Gureev V.M., Khripunov B.I., Kolbasov B.N., Korshunov S.N., Martynenko Yu.V., Petrov V.B., Stolyarova V.G., Strunnikov V.M., Vasiliev V.I. Tungsten erosion under simulation of ITER divertor operation. — Plasma Devices and Operations, 2003, vol. 11, № 3, pp. 141—153.
4. Martynenko Yu.V., Guseva M.I., Vasiliev V.I. et al. Experimental modeling of plasma-graphite surface interaction in ITER. — J. Nucl. Mater., 1998, vol. 258—263, pp. 1120—1126.
5. Kolbasov B.N., Biryukov A.Yu. et al. Fusion safety studies in Russia from 1996 to 2000. — Fus. Engn. and Design, 2001, vol. 54, pp. 451—464.
6. Zohn H. ASDEX results. — In: 22nd IAEA Fusion Energy Conf. Geneva, October 2008, OV/2-3.
7. Khripunov B.I. et al. Erosion of fusion materials under high-power steady-state plasma stream on the LENTA facility. — Fusion Energy, 2006 (Proc. 21st IAEA Conf., IAEA-CN-149. Rep. EX/P4-3), CD.
8. Rieth M., Hoffmann A. — HHFC. San Diego, Dec. 10, 2008.

AUTHORS

Martynenko Yu.V. RRC «Kurchatov Institute», pl. Akademika Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia; martyn@nfi.kiae.ru

Khripunov B.I. RRC «Kurchatov Institute», pl. Akademika Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia; khripuv@nfi.kiae.ru

Petrov V.B. RRC «Kurchatov Institute», pl. Akademika Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia

Received 26 September 2009

Problems of Atomic Science and Technology
Ser. Thermonuclear Fusion, 2009, issue 4, pp. 14—23.