

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОБОЧНЫХ ЯВЛЕНИЙ, ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ ОЧИЩЕНИИ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛЬФРАМА С ПОМОЩЬЮ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА В ВОДОРОДЕ

© 2021 г. F. Sedighi^a, C. Rasouli^a, D. Irajib^{*,*}, A. Kouhi^a, H.R. Kheiri^c,
H. Rasouli^a, M. Seyedhabashi^a

^a Plasma Physics and Nuclear Fusion Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute,
PO Box 14155-1339, Tehran, Iran

^b Energy Engineering and Physics Department, Amirkabir University of Technology,
P.O. Box 1591634311 Tehran, Iran

^c Physics & Accelerators Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute,
PO Box 14395-836, Tehran, Iran

*e-mail: iraji@aut.ac.ir

Поступила в редакцию 01.04.2020 г.

После доработки 06.08.2020 г.

Принята к публикации 14.08.2020 г.

Очищение стенок камеры с помощью тлеющего разряда в водороде (ТРВ) — это стандартная процедура предварительной подготовки камеры на существующих токамаках, также ее предполагается использовать и на строящихся термоядерных установках, включая ИТЭР. Из-за низкой энергии ионов водорода в тлеющем разряде, вероятность, что обращенные к плазме компоненты установки получат сколь-нибудь значительные повреждения, пренебрежимо мала. В данной работе представлены результаты исследования воздействия плазмы ТРВ на образцы вольфрама, помещенные в камеру токамака Damavand во время проведения стандартной тренировки стенок вакуумной камеры. Для исследований использовался вольфрам, поскольку он рассматривается как наиболее вероятный кандидат для изготовления обращенных к плазме частей токамаков. После стандартной процедуры очищения стенок камеры тлеющим разрядом в чистом водороде, на поверхности вольфрамовых образцов были обнаружены наноструктурные пучки (nano-structure bundles, NSBs), слабо прикрепленные к поверхности образца. Образование NSB, которые могут быть источником поступления пыли в плазму, может оказаться важным вследствие их возможного влияния на функционирование будущих термоядерных установок. Формирование NSB наблюдалось на вольфрамовых образцах при температуре их поверхности менее 370 К после бомбардировки ионами водорода с энергиями ≈ 120 эВ и интегральной плотностью потока $\approx 2-3.5 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ в течение 2.5–4 ч. Поверхностные изменения образцов, подвергнутых воздействию плазмы ТРВ, исследовались посредством взятия проб материала, а также с использованием нескольких методов анализа поверхности, таких как SEM (сканирующий электронный микроскоп), EDX (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия), XRD (рентгеновская дифракция) и ERDA (спектроскопия ядер отдачи). Таким образом, при проведении процедуры очищения стенок вакуумных камер установок, предназначенных для удержания плазмы, с помощью ТРВ, следует обращать внимание на формирование неплотных наноструктур на поверхности стенок, которые могут негативно сказываться на функционировании и результатах работы токамаков.

Ключевые слова: очищение камеры тлеющим разрядом в водороде, обращенные к плазме материалы, наноструктурные пучки, “пух” на поверхности металлов, токамаки

DOI: 10.31857/S0367292121030100

1. ВВЕДЕНИЕ

Взаимодействие плазмы с внутренними элементами вакуумных камер, так называемыми обращенными к плазме материалами (ОПМ), является одной из критических проблем термоядерных установок. Оно изучается уже на протяжении многих лет, поскольку сильно влияет как на саму

плазму, так и на ОПМ. Вольфрам (W), тугоплавкий металл имеющий самую высокую температуру плавления среди всех металлов ($T_{nl} = 3695$ К), считается основным кандидатом для использования в качестве ОПМ в будущих термоядерных реакторах, включая ИТЭР [1–3]. Он обладает подходящими тепловыми и механическими свой-

ствами, низким коэффициентом распыления, низким порогом активации, и приемлемой стойкостью к нейтронному облучению. Однако многочисленные исследования воздействия ионов плазмы на поверхность W выявили некоторые специфические проблемы, возникающие при его использовании [3–8]. Несколько недавно проведенных экспериментов показали, что окружающая плазма может вызывать изменения поверхности вольфрама, наиболее важными из которых являются формирование и рост раковин, пузырей, микроструктур, а также рекристаллизация поверхности и изменения ее морфологии. Одна из наиболее важных проблем связана с образованием микро/наноразмерных структур, поскольку при этом происходит изменение свойств первой стенки, таких как ее теплопроводность и условия плавления. Кроме того, возможно, что с течением времени эти структуры будут отделяться от поверхности вольфрама и становиться источником пылевых частиц в плазме.

Обзор разнообразных наноструктур, формирующихся в термоядерных установках, представлен в работе [9]. Кроме того, в работе [10], основной целью которой является привлечение внимания научного сообщества к актуальным проблемам взаимодействия плазмы с вольфрамом в токамаках, можно найти полезный обзор структур, которые могут формироваться на поверхности вольфрама. В зависимости от формы эти наноструктуры известны под разными названиями, такими как цветная капуста, пух, дендрит, и т. д. Одна из вызывающих беспокойство наноструктур, называемая пухом, была впервые описана более десяти лет назад [11]. Пух, растущий в соответствующих условиях на поверхности вольфрама под воздействием гелиевой плазмы токамака, обычно полностью покрывает его поверхность. Однако при определенных условиях пух может появляться в виде отдельных “островков”, которые также называют пучками наноструктурных волокон (nano-tendrils bundles, NTBs) [12–16]. Рост пуха влияет на свойства вольфрамовой поверхности, что отрицательно сказывается на характеристиках плазмы и ее удержании. Хотя рост пуха и полезен с точки зрения некоторых коммерческих и промышленных приложений [17], а также, вероятно, улучшает некоторые свойства поверхности, например, формирует более высокую устойчивость поверхности к растрескиванию [18, 19], его негативное влияние внушает серьезные опасения [19–21]. В настоящее время самой серьезной проблемой, связанной с этим явлением, является выброс вольфрама в плазму. Как правило, вольфрамовый пух держится на поверхности не прочно, и может быть легко отделен от нее, становясь источником загрязнения плазмы [2, 18, 19, 22–26]. Исследователи пытаются понять, почему и как образуются и растут эти нанострукту-

ры. Первоначально предполагалось, что формирование наноструктур в форме пуха происходит только при высоких температурах, но в недавних работах было показано, что эти наноструктуры могут формироваться и при гораздо более низких температурах, порядка 400 К [27]. Хотя и существуют физические модели, разработанные для описания роста наноструктурированного вольфрамового пуха, точный механизм его образования и роста до сих пор неизвестен [28–39].

Однако в литературе можно отыскать плодотворные обсуждения природы этого явления. В работе [40] выдвигалось предположение, что образование наноструктуры типа пуха связано с наличием на поверхности микротверстий, и сообщалось, что образование наноструктур наблюдалось также и на поверхности молибдена (Mo). Кроме того, в работе [41] представлена вязкоупругая модель роста пуха, которая объясняет рост наноразмерных волокон наличием вязкого потока атомов W, вызванного градиентом напряжения, создаваемым давлением пузырьков, возникающих внутри пальцевидных волокон. Однако, осталось неясным, почему эти пальцевидные волокна не разрываются, когда пузырьки лопаются. В этом отношении представляется интересной модель, представленная в работе [42]. Согласно этой модели, адсорбированные атомы W играют важную роль в формировании наноструктур в форме пуха. Порог образования адсорбированных атомов составляет около одной трети пороговой энергии распыления. Таким образом, пороговая энергия образования адсорбированных атомов при взаимодействии с ионами He⁺ составляет около 30 эВ, что согласуется с величиной пороговой энергией ионов He⁺ (~25 эВ), необходимой для образования наноструктур в форме пуха [40]. Кроме того, в рамках этой модели получена временная зависимость между длиной наноструктуры и временем экспозиции, которая количественно согласуется с экспериментальными результатами.

С другой стороны, очищение тлеющим разрядом (ТР) является одним из наиболее часто используемых методов предварительной подготовки стенок камеры токамаков к работе. Тлеющий разряд, очищающий камеру установки, представляет собой низкотемпературный плазменный разряд постоянного тока, горящий в отсутствие тороидального магнитного поля. Анодами служат один или несколько электродов, помещенных в вакуумную камеру, а катодом служит вся стенка вакуумной камеры. При очищении камеры с помощью ТР основной эффект состоит в том, что на поверхности и в приповерхностных областях первой стенки уменьшается количество примесей с низким z . Таким образом, поверхностные концентрации этих примесей снижаются, и возмож-

ное загрязнение высокотемпературной плазмы при взаимодействии краевой плазмы со стенкой становится меньше. Есть и другой полезный эффект от обработки стенок камеры с помощью ТР – это снижение количества униполярных дуг, возникающих в рабочих режимах. По мере увеличения времени воздействия тлеющего разряда экспоненциально уменьшается количество мест на поверхности камеры, где могут возникать униполярные дуги, являющиеся источниками поступления примесей в рабочих режимах работы с высокотемпературной плазмой [43, 44].

При очищении стенок тлеющим разрядом обычно используют разряды в водороде, гелии или неоне [1, 45–47]. Очищение с помощью тлеющего разряда в водороде (ТРВ) является эффективным методом снижения количества примесей углерода и кислорода на поверхности стенок камеры токамака. ТРВ используется для предварительной подготовки стенок вакуумных камер существующих установок [47–49], и предполагается его использование на проектируемых установках для удержания плазмы, включая ИТЭР [50]. В работах [47, 51] исследовалось воздействие процедуры очищения с помощью ТР на ОПМ. По мнению авторов работ в этой области из-за низкого значения энергии, которой обладают ионы водорода в тлеющем разряде, вероятность, что обращенные к плазме компоненты установки получат сколь-нибудь значительные повреждения при проведении очищения стенок с помощью ТРВ, является пренебрежимо малой. В настоящей работе вольфрам и молибден – основные кандидаты для использования в качестве ОПМ – рассматриваются с точки зрения микроструктуры, образующейся на поверхностях ОПМ. В работе показано, что в результате проведения серии стандартных процедур очищения камеры с помощью ТРВ, на поверхностях вольфрама и молибдена наблюдалось образование отдельно расположенных наноструктурных пучков (NSB). Отметим, что к настоящему моменту авторам неизвестны работы, в которых сообщалось бы о наблюдении образования наноструктур в результате проведения процедуры очищения камеры с помощью ТРВ. В данной работе впервые обсуждается экспериментальная установка, а также методы и результаты анализа, касающегося наблюдения NSB на поверхностях вольфрама и молибдена, возникших в результате проведения процедуры очищения стенок камеры токамака Damavand с помощью ТРВ. Тот факт, что это негативное явление возникает при проведении процедуры очищения стенок камеры с помощью ТРВ, которая является общепринятой при подготовке к эксперименту камер токамаков, требует глубокого осмысления. Необходимо также научиться точно прогнозировать вероятность формирования NSB

Таблица 1. Основные параметры токамака Damavand

Параметр	Величина
Большой радиус	0.36 м
Малый радиус	0.07 м
Аспектное отношение	5.1
Вытянутость сечения	1.2–1.4
Объем вакуумной камеры	0.91 м ³
Тороидальное магнитное поле	1.2 Тл
Максимальный плазменный ток	35–40 кА
Время удержания плазмы	21 мс

на поверхностях ОПМ, чтобы избежать дорогостоящих последствий их негативного воздействия на работу токамаков следующего поколения.

2. ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ И УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты проводились на токамаке Damavand [52, 53]. В табл. 1 представлены основные параметры этого токамака. В последние годы большая часть экспериментов на токамаке Damavand была посвящена проблемам, связанным с возникновением убегающих электронов, функционированием системы питания и системам обратной связи для управления плазмой [54–61]. Поскольку наличие примесей на стенке вакуумной камеры играет большую роль в возникновении и существовании в плазме потоков убегающих электронов, а также с целью оптимизации процесса предварительной подготовки стенок для предотвращения образования этих электронов, была проведена серия экспериментов по улучшению предварительной подготовки стенки с использованием процедуры ее очищения тлеющим разрядом.

На рис. 1 показана временная зависимость давления в вакуумной камере токамака Damavand при проведении стандартной процедуры очищения камеры тлеющим разрядом [62]. Сначала с помощью роторных насосов проводится откачка камеры от атмосферного давления (~760 торр) до давления 4×10^{-2} торр. На следующем этапе используются турбомолекулярные насосы, откачивающие камеру до давления порядка 2×10^{-6} торр. После этого начинается процедура напуска газообразного водорода, а затем подается напряжение на электроды, расположенные внутри вакуумной камеры, которое создает и поддерживает плазму тлеющего разряда. После заверше-

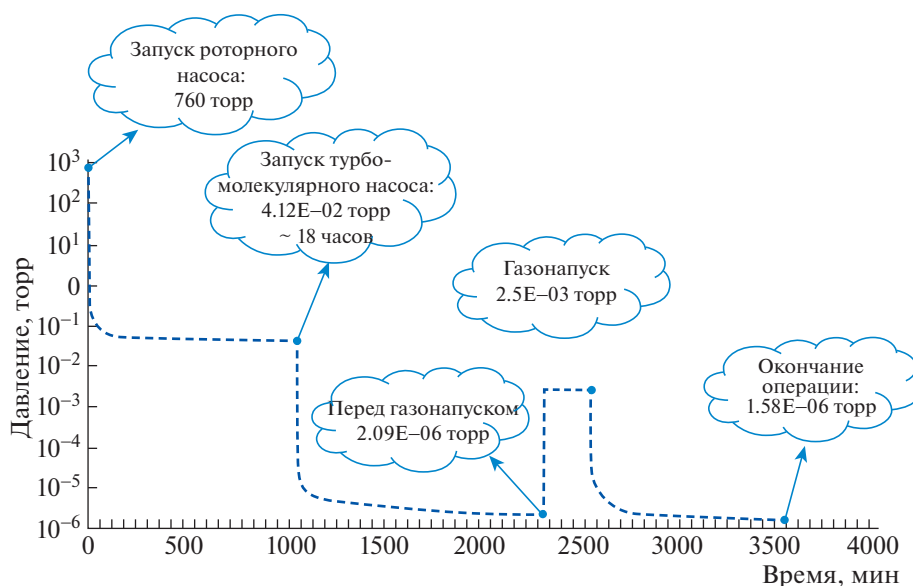


Рис. 1. Временная зависимость давления в вакуумной камере токамака Damavand при проведении стандартной процедуры очистки камеры тлеющим разрядом в водороде.

ния процедуры газонапуска камера токамака откачивается турбомолекулярным насосом до давления порядка 1.6×10^{-6} торр.

Поток ионов на стенку можно оценить, воспользовавшись соотношением $\Gamma = J/e$, где e и J — это заряд электрона и плотность тока соответственно. Поскольку полная площадь поверхности камеры токамака Damavand составляет примерно 3.98 м^2 , а измеряемый ток равен 1.5 А , то плотность тока будет порядка 0.377 А/м^2 [62]. Поэтому величина потока ионов составит приблизительно 2.6×10^{18} ионов/с $\cdot \text{ м}^2$. Кроме того, поскольку процедура очистки камеры с помощью

ТРВ занимает 4 часа, то интегральная плотность потока ионов будет приблизительно равна 3.5×10^{22} ионов/м².

Вольт-амперная характеристика (ВАХ) тлеющего разряда в водороде, полученная с помощью ленгмюровского зонда, размещенного вблизи поверхности образца, показана на рис. 2 [62]. Анализируя вольт-амперные характеристики, можно получить информацию о таких параметрах плазмы, как ее потенциал, плотность ионов, электронная температура и дебаевский радиус. Для данной ВАХ эти параметры, соответственно, равны 236 В, $1.17 \times 10^{15} \text{ м}^{-3}$, 5.8 эВ, и 520 мкм. Поэтому толщина плазменного слоя составит $\sim 2.5 \text{ мм}$, что в 3–5 раз больше, чем дебаевский радиус.

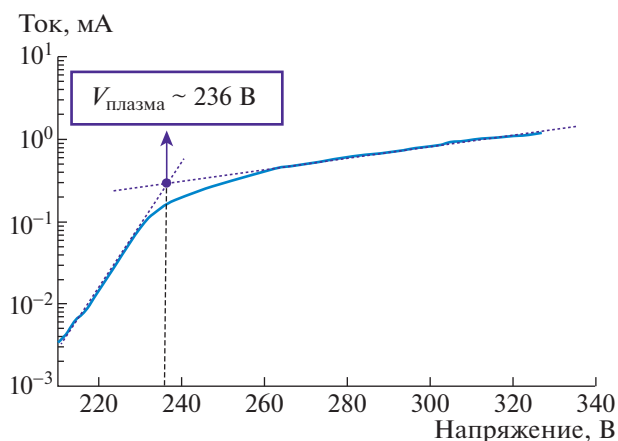


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика ленгмюровского зонда.

С другой стороны, поскольку в токамаке Damavand давление плазмы при очищении камеры тлеющим разрядом в водороде составляет примерно 2.5×10^{-63} торр, длина свободного пробега будет порядка 35 мм [62]. Поскольку длина свободного пробега значительно превышает толщину слоя ($35 \gg 2.5 \text{ мм}$), при столкновении со стенкой энергия положительных ионов примерно равна потенциалу плазмы, деленному на заряд иона (в этом эксперименте она равна $\sim 240 \text{ эВ}$) [44]. При очищении камеры с помощью ТРВ основными положительно заряженными частицами являются ионы H_2^+ [44]. Когда ион H_2^+ сталкивается со стенкой, он разваливается на два протона, и его энергия распределяется поровну между

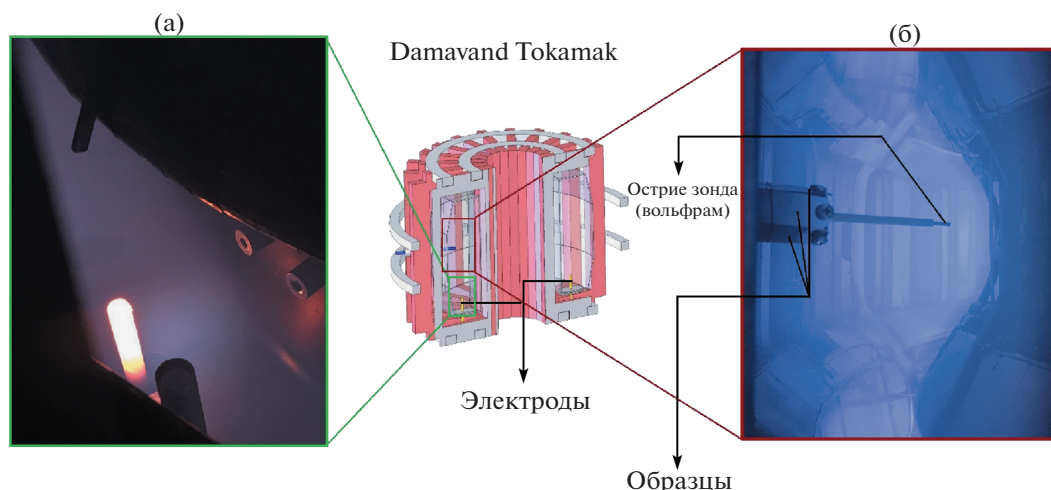


Рис. 3. Электрод (а); зонд двойного назначения, находящийся под воздействием плазмы ТРВ (б), представляет собой ленгмюровский зонд, корпус которого приспособлен для закрепления образцов исследуемого материала.

ними. Таким образом, каждый протон получает половину энергии, что составляет примерно 120 эВ.

В эксперименте использовались образцы, состоящие из чистого вольфрама (>99.9%), с размерами ($10 \times 20 \times 0.1 \text{ мм}^3$), производство компании PLANSEE. Образцы полировались до зеркального состояния. Полированные образцы устанавливались на подвижном держателе, образуя некий зонд, несущий образцы исследуемого материала. Этот зонд представляет собой ленгмюровский зонд, который приспособлен для того, чтобы на нем можно было закреплять образцы исследуемого материала. Корпус зонда, на котором закрепляются образцы, имеет электрический контакт с вакуумной камерой. Электроды тлеющего разряда, изготовленные из нержавеющей стали марки 316L, расположены в нижней части вакуумной камеры. Зонд, пластины для крепления образцов и электроды показаны на рис. 3.

Стандартная процедура очищения камеры с помощью ТРВ проводится в течение 2.5–4 часов. Используется газообразный водород чистотой 99.9995% при давлении 2.5×10^{-3} торр. Параметры разряда постоянного тока таковы: 1.5 А и 450 В. При проведении очищения камеры с помощью ТРВ температура образцов не поднималась выше 370 К. Температура измерялась пирометром. Кроме того, на зонде с образцами была установлена термопара, в то время как его острие подвергалось воздействию плазмы.

После того, как образцы подверглись воздействию тлеющего разряда, на их поверхности с помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) LEO 1455VP были обнаружены образовавшиеся NSB. Затем химический состав NSB опре-

делялся методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) совместно с SEM. Профили глубины пробега водорода определялись с использованием метода спектроскопии ядер отдачи (ERDA). ERDA спектры были получены с использованием пучка He^+ ионов с энергиями 1800 кэВ, создаваемого генератором Ван де Граафа с напряжением 3 МВ, изготовленном в NSTRI и имеющим энергетическое разрешение ± 1 кэВ [63]. Мишень была наклонена на угол 70° относительно луча. Система детектирования представляла собой поверхностно-барьерный детектор толщиной 300 мкм, расположенный под углом 30° относительно падающего пучка. Частицы отдачи детектировались непосредственно после фильтрации рассеянных вперед частиц каптонной фольгой толщиной 7 мкм. Другой поверхностно-барьерный детектор, расположенный под углом 165° к падающему лучу, использовался для контроля параметров самого пучка.

Заметим, что в эксперименте проводилась проверка, не являются ли NSB на поверхности вольфрамовых образцов просто пылью, образовавшейся в некоем другом месте камеры. Для этого вместе с образцами вольфрама воздействию плазмы тлеющего разряда подвергались также образцы молибдена и нержавеющей стали марок 316L и 304. Тесты показали, что NSB формируются только на поверхностях образцов W и Mo, а на образцах из нержавеющей стали обеих марок никаких следов NSB обнаружено не было. Эти эксперименты были повторены трижды, чтобы обеспечить достоверность результатов. Кроме того, чтобы исключить возможное влияние напряжения смещения зонда Ленгмюра на формирование NSB, эксперимент также был повторен в отсут-

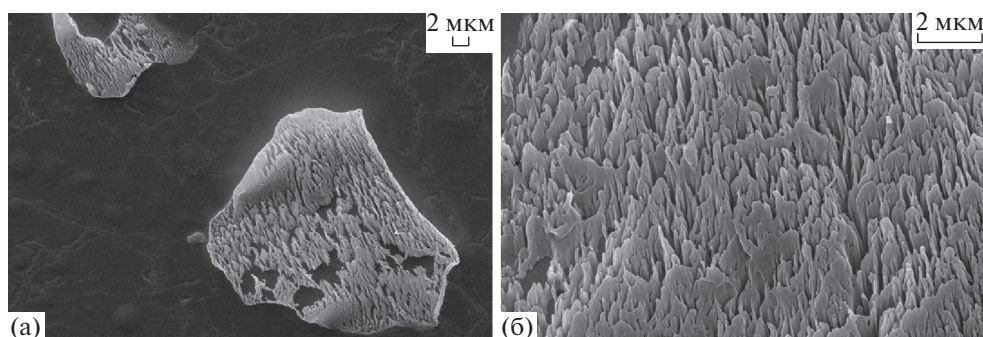


Рис. 4. Изображение NSB на поверхности вольфрама, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа (а); увеличенный фрагмент изображения NSB (б).

ствии зонда Ленгмюра. NSB наблюдались как в присутствии зонда Ленгмюра, так и без него. Поэтому можно заключить, что напряжение смещения ленгмюровского зонда не оказывает влияния на образование NSB.

3. ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 4 показано изображение поверхности вольфрамового образца, подвергнутого воздействию плазмы тлеющего разряда в водороде. Изображение получено с помощью SEM. Наноструктуры, образовавшиеся на поверхности образца, не покрывают ее полностью, а представляют собой изолированные островки. Площадь большинства таких островков порядка 400 мкм^2 . Количество островков, образующихся на поверхности, невелико, так что в среднем их количество составляет 15 островков на квадратный миллиметр. Другими словами, около 0.6% поверхности вольфрама покрыто NSB. Внутри островков имеется множество стержневидных структур, ширина и высота которых соответственно составляют примерно 100 нм и 2 мкм. Отметим, что в более ранних экспериментах высота наноструктур, создаваемых тлеющим разрядом в гелии, составляла от 50 нм до нескольких микрометров [64]. Кроме того, результаты компьютерного и физического моделирования показали, что толщина слоя наноструктурного пуха зависит от времени [42]. В будущих экспериментах необходимо тщательно исследовать, как время взаимодействия с плазмой тлеющего разряда влияет на формирование NSB, чтобы определить взаимосвязь между размером этих наноструктур и временем взаимодействия. Изображения поверхности, наклоненной на угол 75° , показанные на рис. 5, также иллюстрируют это явление. Кажется, что NSB некрепко держатся на поверхности и настолько рыхлые, что их можно легко отделить от поверхности. Чтобы подтвердить это предположение, после

получения изображений поверхности с помощью SEM поверхность образцов очищалась мягкой тканью, а затем повторно фотографировалась с помощью SEM. Результаты показали, что при этом количество островков NSB значительно уменьшалось. Таким образом, можно было предположить, что NSB имеют пористую структуру [65]. Следовательно, очищение поверхности тлеющим разрядом в водороде, которое является стандартным методом предварительной подготовки стенок токамаков, может само по себе быть источником загрязнения плазмы, и выброс этих NSB, слабо прикрепленных к стенкам, может ухудшить состояние плазмы и привести к ее резкому охлаждению.

С использованием метода энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX), в составе NSB были обнаружены углерод и кислород. На рис. 6 показан химический состав проб, взятых из двух областей на поверхности вольфрама (одна область внутри островка NSB, а другая вне него). Четко видно, что С и О присутствуют только в пробе из области NSB.

В некоторых экспериментах, в которых исследовалась роль примесей в формировании NSB, поверхность вольфрама полностью покрывалась слоем пуха [13]. В эксперименте, описываемом в данной работе, NSB наблюдались только как изолированные островки, а полного покрытия поверхности образцов слоем пуха не наблюдалось. На рис. 7 можно видеть другое интересное явление, а именно, образование раковин рядом с NSB. На первый взгляд, одновременное наблюдение этих двух явлений (раковин и NSB) может навести на мысль, что между ними существует связь. Однако сравнение поверхности вольфрама и молибдена, подвергнутого одинаковой обработке, уменьшает обоснованность этого предположения. Как видно на рис. 7, на вольфрамовых поверхностях образуется множество раковин (с диаметрами от 0.1 до 10 мкм), в то время как на

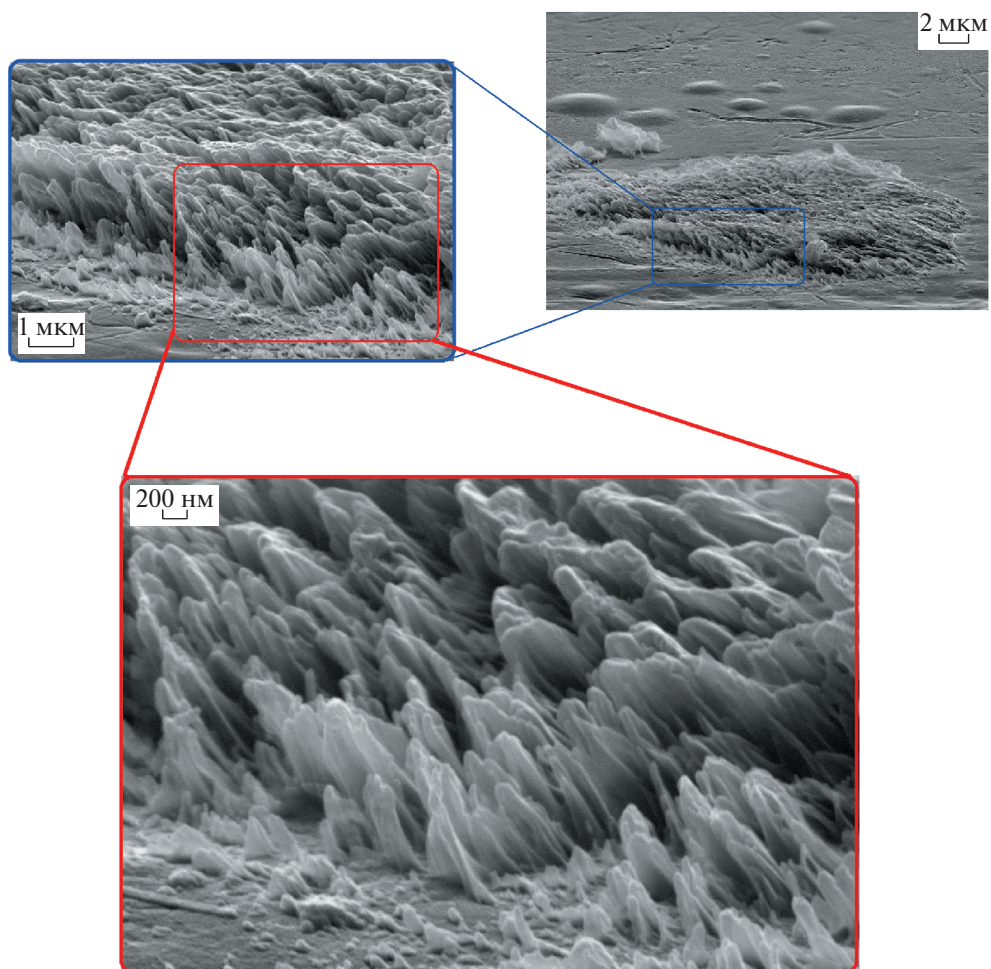


Рис. 5. Изображения NSB на поверхности вольфрама, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (вид при наклонном падении луча).

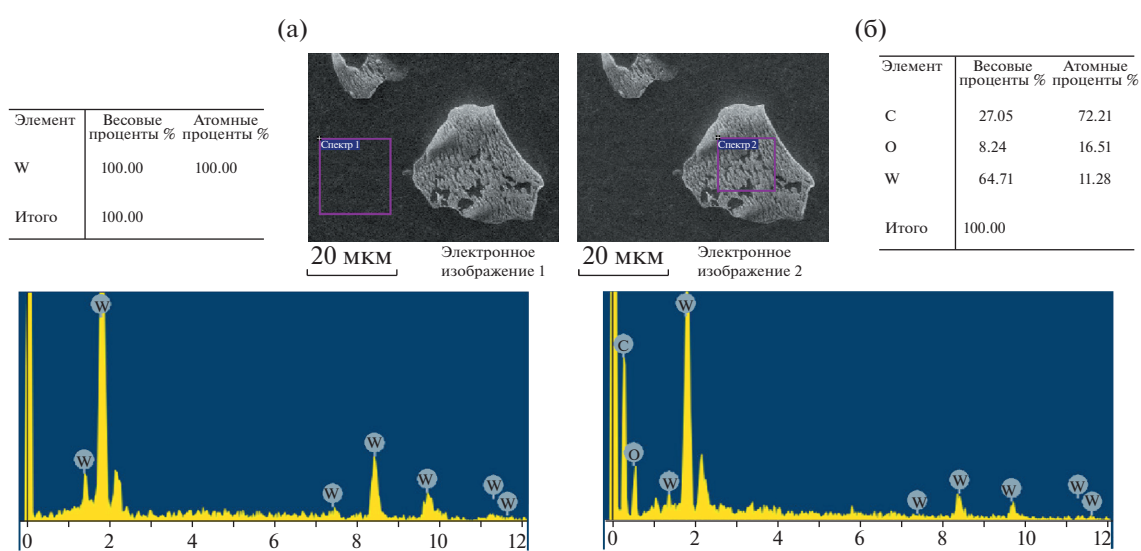


Рис. 6. Результаты энергодисперсионного рентгеновского анализа участков поверхности образца вольфрама снаружи (а) и внутри (б) островка пуха.

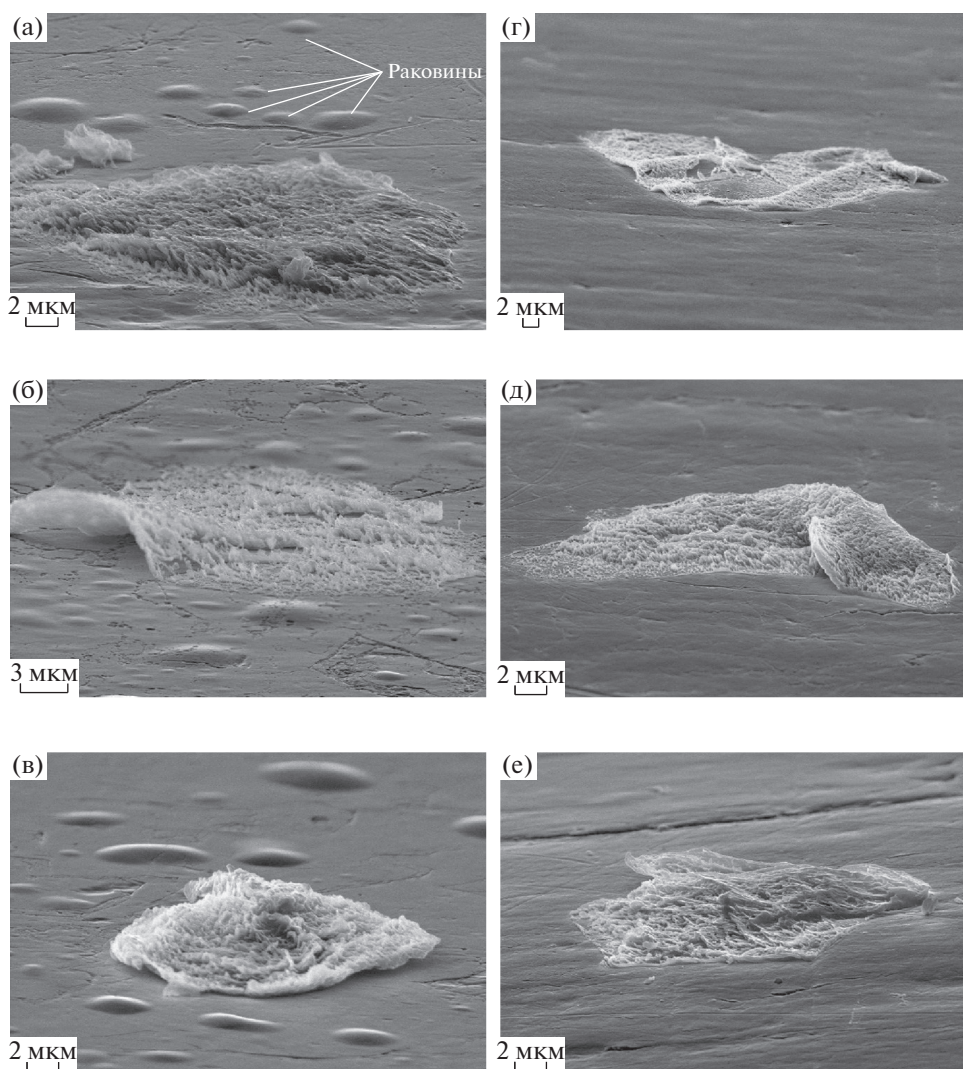


Рис. 7. Образование раковин отчетливо видно на изображениях поверхности вольфрама (а)–(в), полученных с помощью сканирующего электронного микроскопа, в то время как на изображениях поверхности молибдена (г)–(е) раковины отсутствуют.

поверхностях молибденовых образцов их нет совсем. Поэтому сравнение поверхностей W и Mo позволяет сделать важный вывод, что формирование раковин и NSB – это два отдельных явления, которые могут возникать независимо друг от друга; NSB могут формироваться и в условиях, не подходящих для образования раковин.

Чтобы исследовать удержание водорода в образцах W, был использован метод спектроскопии ядер отдачи (ERDA). На рис. 8а показаны измеренные спектры ERDA и спектры, полученные при моделировании, для контрольного образца W и образцов, подвергнутых воздействию тлеющего разряда в водороде, полученные с использованием пучка ионов ^4He с энергией 1800 кэВ. Моделирование проводилось с помощью кода SIMN-

RA7.01 [66]. В коде используются данные Циглера–Биерсака по тормозной способности и модель разброса потерь энергии Чу и Янга. Расчетные профили глубины пробега водорода для контрольного образца и образца, взаимодействовавшего с плазмой тлеющего разряда в водороде, показаны на рис. 8б. Исследовался приповерхностный слой водорода в образце до и после его бомбардировки водородом. Толщина слоя составила около 60 нм. Приповерхностное содержание водорода уменьшилось после взаимодействия поверхности образца с плазмой ТРВ. Кроме того, данные ERDA показывают, что после взаимодействия поверхности образца с плазмой ТРВ объемная концентрация водорода увеличивается. Это означает, что может существовать взаимосвязь

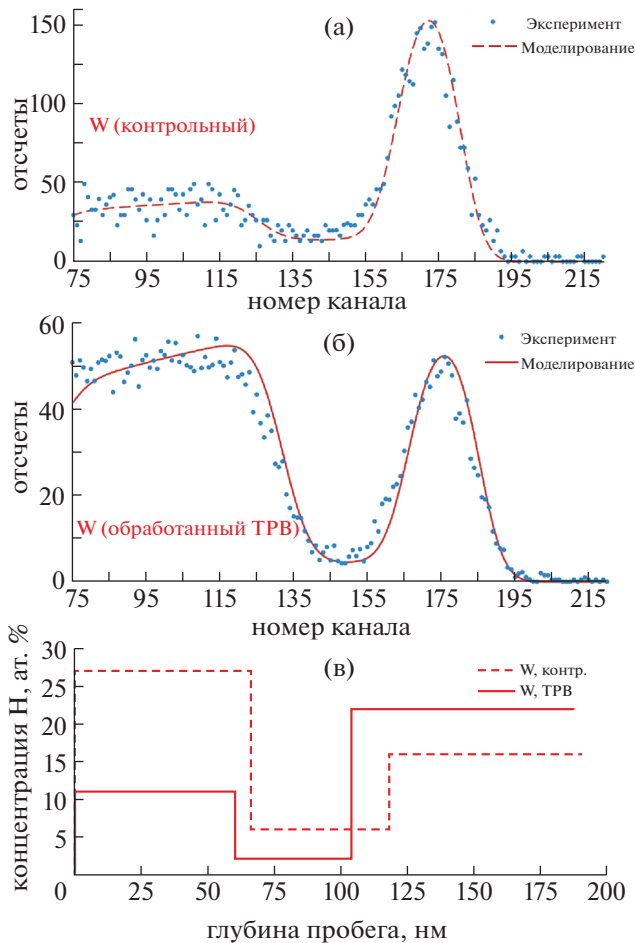


Рис. 8. Экспериментальные спектры ядер отдачи и спектры, полученные при моделировании, для контрольного образца W и образца, подвергнутого воздействию тлеющего разряда в водороде, полученные с использованием пучка ионов ^4He с энергией 1800 кэВ (а); соответствующие профили глубины пробега атомов водорода для контрольного и обработанного образцов W (б).

между удерживанием водорода внутри образцов и образованием раковин на поверхности образцов W. Эти результаты подтверждают результаты более ранних работ по исследованию удержания водорода и образования раковин на поверхности вольфрамовых образцов [67–69].

С помощью метода рентгеновской дифракции (XRD) исследовалась структура образцов, а именно, их фазовый состав, деформация и внутреннее напряжение. Дифрактограммы, полученные с помощью XRD, показаны на рис. 9. Изменение картины рассеяния характеризует детали структурных изменений поверхности вследствие воздействия ТРВ.

На необработанном образце W оба пика, соответствующие плоскостям (200) и (211), указывают на наличие объемно-центрированной кубической (ОЦК) кристаллической фазы в образце [70]. Кроме того, на дифрактограмме видно, что интенсивность пика, соответствующего плоскости (200), значительно превосходит соответствующую интенсивность для плоскости (211), что указывает на то, что контрольный образец был хорошо ориентирован относительно семейства плоскостей (200). На дифрактограмме образца, обработанного с помощью ТРВ, нет указаний на наличие новой плоскости, что свидетельствует о том, что воздействие ТРВ не привело к каким-либо структурным фазовым превращениям. После экспонирования образца заметны небольшие смещения дифракционных пиков по угловой оси 2θ . Смещение дифракционного пика на рентгеновской дифрактограмме указывает на возникновение внутренних напряжений [71]. Сдвиг пика указывает на уменьшение межплоскостного расстояния из-за возникновения напряжений сжатия [72]. Обычно существует несколько причин деформации решетки, таких как наличие

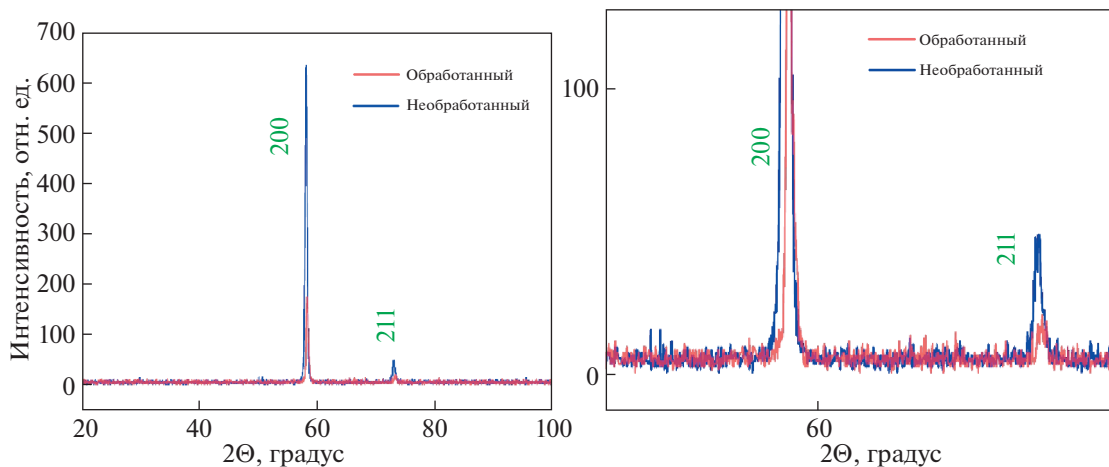


Рис. 9. Рентгеновские дифрактограммы для двух образцов вольфрама: контрольного и подвергнутого воздействию ТРВ.

Таблица 2. Результаты рентгеновского дифракционного анализа образцов вольфрама

Плоскость кристалла	2θ (°)		ПШПВ ($2\theta^\circ$)		Расстояние между плоскостями (Å)		Размер зерна (нм)	
	Контрольный	Обработанный	Контрольный	Обработанный	Контрольный	Обработанный	Контрольный	Обработанный
2 0 0	58.13	58.32	0.472	0.472	1.586	1.582	28.9	33.1
2 1 1	73.06	73.29	0.528	0.768	1.294	1.291	20.9	210

дислокаций, микронапряжений, дефектов на границе зерен, дефектов упаковки, внутренних напряжений, дальнедействующих внутренних напряжений и точечных дефектов. Однако на рентгеновской дефектограмме внутренние напряжения являются основной причиной сдвига пиков. Внутреннее напряжение возникает из-за термического напряжения при быстром охлаждении и изменении объема на поверхности образца. Также может возникать дополнительное термическое напряжение из-за локального плавления в области воздействия ТРВ [72]. Размер кристалла можно рассчитать с помощью уравнения Дебая—Шеррера. Следующее уравнение, известное как уравнение Шеррера, позволяет получить средний размер зерна:

$$L_c = \frac{k\lambda}{\beta_{2\theta} \cos \theta}. \quad (1)$$

В уравнении k — это постоянная, связанная с формой кристалла, которая обычно принимается равной 0.94. L_c представляет собой средний размер кристалла, где λ , θ и $\beta_{2\theta}$ — это длина волны рентгеновского излучения, угол Брэгга в радианах и полная ширина на половине максимума пика в радианах соответственно [73]. Точные значения соответствующих параметров для вольфрамового образца приведены в табл. 2.

Механизм диффузии водорода в вольфраме в интервале температур 300–3000 К рассмотрен в [74]. Сделан вывод, что при низких температурах атомы водорода диффундируют по траектории ТМ–ТМ (от одного тетраэдрического междуузлия к другому). Однако с повышением температуры вероятность проникновения атома водорода в субстабильное ОМ (октаэдрическое междуузлие) возрастает, и также может происходить диффузия по траектории ТМ–ОМ–ТМ. В диапазоне более высоких температур атомы водорода будут диффундировать по обоим траекториям [74]. Взаимодействие между атомами водорода и кристаллическими дислокациями в вольфраме было также исследовано с помощью молекулярно-динамического моделирования [75]. Было показано, что атомы водорода будут выстраиваться в виде удли-

ненных кластеров вдоль дислокационных линий. В связи с этим удержание водорода в W имеет прямое отношение к образованию раковин на поверхности вольфрама за счет пузырей водорода, что делает важным исследование удержания водорода. В работе [76] также было проведено молекулярно-динамическое моделирование и описано формирование наноструктуры на поверхности W в результате облучения ее ионами. Исследование показало, что наноструктуры образуются из-за напряжения, индуцированного в приповерхностной области ОПМ в результате взаимодействия с плазмой и ионной бомбардировкой. Следовательно, изменения поверхности образцов могут быть связаны с модификациями, выявленными при рентгеноструктурном анализе.

При увеличении времени воздействия ТРВ с 2.5 до 4 часов (что вызывает возрастание интегральной плотности потока ионов с 2×10^{22} до $3.5 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$) форма NSB заметно меняется (см. рис. 10). Вместо прямых и вертикальных структур видны деформированные и размытые формы. Похоже, что интегральная плотность потока ионов в большей степени определяет форму NSB. Для формирования NSB должны быть выполнены определенные условия по температуре поверхности, энергии и интегральной плотности потока падающих ионов. Несомненно, что упомянутые выше условия (температура поверхности <370 К, энергия падающих ионов ~120 эВ, и интегральная плотность потока ~2–3.5 × 10²² м⁻²) подходят для формирования NSB, а для выяснения общих условий для формирования NSB при взаимодействии поверхности с ТРВ необходимо провести большее количество экспериментов, которые позволят достигнуть более глубокого понимания этого явления.

Здесь заметим, что неоднородная стохастическая кластеризация поверхностей со статистически самоподобной зернистой структурой, имеющей масштабы в диапазоне от нано- до макроразмеров, таких как структуры с формой типа пуха и цветной капусты, наблюдалась на различных термоядерных установках [10, 77–81]. Существует несколько параметров: химическое и физическое распыление, термический отжиг под действием

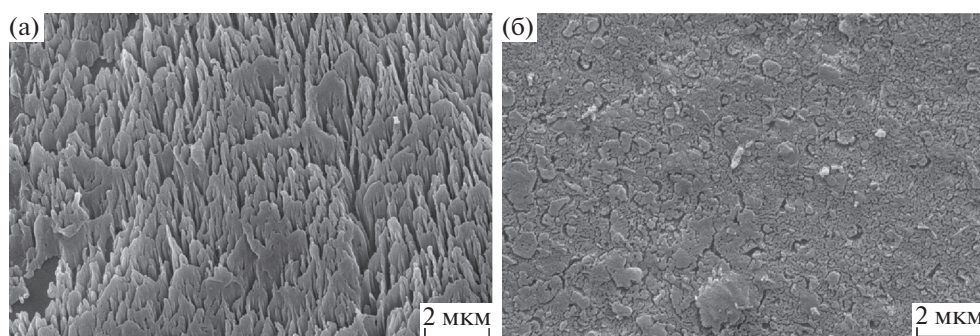


Рис. 10. Изображения поверхностей вольфрама, подвергнутых воздействию потоков ионов со следующими интегральными плотностями: низкой ($2 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$) (а) и высокой ($3.5 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$) (б). Изображения получены с помощью сканирующего электронного микроскопа.

плазменного теплового потока, эрозия материала и повторное осаждение, которые могут повлиять на формирование этих структур [81]. Чтобы объяснить возникновение NSB, следует принимать во внимание как внутренние, так и внешние эффекты. Поскольку NSB до некоторой степени похожи на обычные наноструктуры пуха (по крайней мере, по форме), то сначала следует обдумать вопрос, может ли тот же фактор, который вызывал формирование пуха в гелиевом разряде, вызвать и образование этих NSB. Авторы работы [82] считают, что при образовании обычного пуха большую роль играют внутренние эффекты. Они предположили, что агломерация атомов гелия в моновакансии не ограничена, тогда как энергия связи водорода становится отрицательной, когда число атомов водорода превышает 7, т.е. агломерация атома водорода ограничена до некоторой степени. Кроме того, было показано, что атом гелия в вольфраме диффундирует быстрее, чем атом водорода, что указывает на то, что атомы гелия имеют более высокую вероятность собираться в кластеры и превращаться в более крупные пузырьки гелия. Кроме того, для образования пуха необходимо наличие пузырьков, содержащих атомы водорода, тогда как результаты исследований методом спектроскопии ядер отдачи показывают, что поверхностное содержание водорода в образцах снижается после обработки образца плазмой ТРВ. Как упоминалось ранее в этой статье, результаты энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) показывают, что химический состав NSB состоит из вольфрама, кислорода и углерода, тогда как согласно [11] образующийся пух состоит только из вольфрама. Поэтому представляется маловероятным, что формирование NSB происходит под действием внутреннего процесса.

Из-за наличия примесей углерода и кислорода, выявленного при EDX-анализе, а также поскольку это явление проявляется дискретным об-

разом, вероятно, его причиной является внешний процесс. Работы [12–14] могут помочь разобраться в причинах возникновения NSB. В [13] сообщалось, что NSB могут формироваться при воздействии на образец плазмы разряда постоянного тока в гелии, в котором присутствуют примесные газы, такие как Ne, Ar, N_2 , а также остаточный воздух. Кроме того, в [12] было обнаружено, что добавление 0.01% примеси углерода в гелиевую плазму может также приводить к образованию NSB. Отметим, что изменение типа газовой примеси, а также незначительное изменение процентного содержания примесей привело к значительным морфологическим изменениям на вольфрамовых поверхностях [12–14]. Принимая во внимание эти статьи, а также результаты, представленные в данной статье, можно предположить, что на формирование NSB влияют скорее не внутренние, а внешние процессы, такие как процессы эрозии и осаждения. Подчеркнем еще раз, что образование NSB произошло при воздействии на образцы плазмы тлеющего разряда в водороде, что является стандартным методом предварительной подготовки и очищения стенок камер токамаков. Вполне естественно, что до начала очищения стенок плазмой ТРВ некоторое количество молекул воздуха поглощается стенкой токамака. Следовательно, при выполнении процедуры очищения с помощью ТРВ эти поглощенные атомы могут попасть в вакуумную камеру и увеличить количество примесей в разряде.

4. ВЫВОДЫ

В данной статье впервые представлены данные по образованию наноструктурных пучков (NSB) на образцах вольфрама при проведении стандартной процедуры очищения поверхности образцов тлеющим разрядом в водороде при энергии падающих ионов 120 эВ, интегральной плотности потока $2\text{--}3.5 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ и температуре поверхности

менее 370 К. Поскольку при химическом анализе образцов (как вольфрама, так и молибдена) в составе NSB были обнаружены примеси кислорода и углерода, то представляется вероятным, что эти примеси играют решающую роль в образовании NSB. Вероятно, углерод и кислород увеличивают скорость процессов эрозионного осаждения, в результате которых и происходит образование NSB, а не за счет внутренних процессов, таких как накопление водорода под поверхностью вольфрама. Наблюдаемые NSB слабо прикреплены к поверхности образцов. Следует помнить, что вольфрам является основным кандидатом для изготовления обращенных к плазме компонентов будущих токамаков-реакторов. Поэтому образование наноструктур в виде пуха на стенках вакуумных камер установок, предназначенных для удержания плазмы, во время проведения очистки стенок плазмой тлеющего разряда в водороде, что является стандартной процедурой предварительной подготовки стенок камер токамаков, указывает на возможное негативное влияние этого явления на функционирование и результаты работы токамаков.

Доступность данных. При необходимости, база данных собранная и проанализированная в ходе данного исследования, может быть получена по запросу у авторов по электронной почте, указанной для переписки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Federici G., Skinner C.H., Brooks J.N., Coad J.P., Grisolia C., Haasz A.A., Hassanein A., Philipps V., Pitter C.S. // Roth J. Nuclear Fusion. 2001. V. 41. P. 1967.
2. Pitts R., Carpentier S., Escourbiac F., Hirai T., Komarov V., Lisgo S., Kukushkin A., Loarte A., Merola M., Naik A.S. // J. Nuclear Materials. 2013. V. 438. P. S48.
3. Brooks J., El-Guebaly L., Hassanein A., Sizyuk T. // Nuclear Fusion. 2015. V. 55. P. 043002.
4. Philipps V. // J. Nuclear Materials. 2011. V. 415. P. S2.
5. Janeschitz G. // I. JCT, J. Nuclear Materials. 2001. V. 290. P. 1.
6. Noda N., Philipps V., Neu R. // J. Nuclear Materials. 1997. V. 241. P. 227.
7. Sinclair G., Tripathi J.K., Diwakar P.K., Wirtz M., Linke J., Hassanein A. // Nuclear Materials and Energy. 2017. V. 12. P. 405.
8. Alimov V.K., Shu W.M., Roth J., Lindig S., Balden M., Isobe K., Yamanishi T. // J. Nuclear Materials. 2011. V. 417. P. 572.
9. Krauz V.I., Martynenko Y.V., Svechnikov N.Y., Smirnov V.P., Stankevich V.G., Khimchenko L.N. // Physics-USpekhi. 2011. V. 53. P. 1015.
10. Budaev V.P. // Physics of Atomic Nuclei. 2016. V. 79. P. 1137.
11. Takamura S., Ohno N., Nishijima D., Kajita S. // Plasma Fusion Res. 2006. V. 1. P. 051.
12. Al-Ajlony A., Tripathi J., Hassanein A. // J. Nuclear Materials. 2015. V. 466. P. 569.
13. Hwangbo D., Kajita S., Ohno N., McCarthy P., Bradley J.W., Tanaka H. // Nuclear Fusion. 2018. V. 58. P. 096022.
14. Hwangbo D., Kajita S., Tanaka H., Ohno N. // Nuclear Materials and Energy. 2019. V. 18. P. 250.
15. Woller K., Whyte D., Wright G. // Nuclear Fusion. 2017. V. 57. P. 066005.
16. Woller K.B., Whyte D.G., Wright G.M. // Nuclear Materials and Energy. 2017. V. 12. P. 1282.
17. Kajita S., Yoshida T., Ohno N., Ichino Y., Yoshida N. // J. Phys. D: Applied Phys. 2018. V. 51. P. 215201.
18. Nishijima D., Kikuchi Y., Nakatsuka M., Baldwin M., Doerner R., Nagata M., Ueda Y. // Fusion Sci. Technology. 2011. V. 60. P. 1447.
19. Doerner R., Baldwin M., Stangeby P. // Nuclear Fusion. 2011. V. 51. P. 043001.
20. Wright G., Brunner D., Baldwin M., Doerner R., Labombard B., Lipschultz B., Terry J., Whyte D. // Nuclear Fusion. 2012. V. 52. P. 042003.
21. Ueda Y., Coenen J., De Temmerman G., Doerner R., Linke J., Philipps V., Tsitrone E. // Fusion Engineering Design. 2014. V. 89. P. 901.
22. Hammond K.D. // Materials Res. Express. 2017. V. 4. P. 104002.
23. Baldwin M., Doerner R. // J. Nuclear Materials. 2010. V. 404. P. 165.
24. Kajita S., Takamura S., Ohno N., Nishijima D., Iwakiri H., Yoshida N. // Nuclear Fusion. 2007. V. 47. P. 1358.
25. De Temmerman G., Doerner R.P., Pitts R.A. // Nuclear Materials and Energy. 2019. V. 19. P. 255.
26. Wirtz M., Berger M., Huber A., Kreter A., Linke J., Pintsuk G., Rasinski M., Sergienko G., Unterberg B. // Nuclear Materials and Energy. 2016. V. 9. P. 177.
27. Corr C.S., O'Ryan S., Tanner C., Thompson M., Bradley J.E., De Temmerman G., Elliman R.G., Kluth P., Riley D. // Nuclear Materials and Energy. 2017. V. 12. P. 1336.
28. Ito A., Takayama A., Oda Y., Tamura T., Kobayashi R., Hattori T., Ogata S., Ohno N., Kajita S., Yajima M. // Nuclear Fusion. 2015. V. 55. P. 073013.
29. Lasa A., Tähtinen S., Nordlund K. // Europhys. Lett. 2014. V. 105. P. 25002.
30. Smirnov R., Krasheninnikov S., Guterl J. // J. Nuclear Materials. 2015. V. 463. P. 359.
31. Sandoval L., Perez D., Ueberuaga B.P., Voter A.F. // Phys. Rev. Lett. 2015. V. 114. P. 105502.
32. Perez D., Sandoval L., Ueberuaga B.P., Voter A.F. // J. Applied Phys. 2016. V. 119. P. 203301.

33. *Krashennnikov S., Smirnov R.* // *Physica Scripta*. 2016. V. 2016. P. 014021.
34. *Hu L., Hammond K.D., Wirth B.D., Maroudas D.* // *J. Applied Phys.* 2014. V. 115. P. 173512.
35. *Lasa A., Henriksson K.O.E., Nordlund K.* // *Nuclear Instruments and Methods in Phys. Res. Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 2013. V. 303. P. 156.
36. *Lang E., Madden N., Smith C., Krogstad J., Allain J.P.* // *Nuclear Materials and Energy*. 2019. V. 19. P. 47.
37. *Meyer F.W., Han L., Hijazi H., Bannister M.E., Unocic K.A., Parish C.M., Krstic P.S.* // *Nuclear Materials and Energy*. 2017. V. 12. P. 366.
38. *Omori K., Ito A.M., Mun I., Yamashita N., Imano K., Lee H.T., Ueda Y.* // *Nuclear Materials and Energy*. 2018. V. 16. P. 226.
39. *Tokitani M., Masuzaki S., Kasahara H., Yoshimura Y., Sakamoto R., Yoshida N., Ueda Y., Mutoh T., Nagata S.* // *Nuclear Materials and Energy*. 2017. V. 12. P. 1358.
40. *Kajita S., Sakaguchi W., Ohno N., Yoshida N., Saeki T.* // *Nuclear Fusion*. 2009. V. 49. P. 095005.
41. *Krashennnikov S.* // *Physica Scripta*. 2011. V. 2011. P. 014040.
42. *Martynenko Y.V., Nagel' M.Y.* // *Plasma Phys. Rep.* 2012. V. 38. P. 996.
43. *Dylla H.F.* *AIP Conference Proceedings*. 1990. V. 199. P. 3.
44. *Dylla H.F.* // *J. Vacuum Science & Technology A*. 1988. V. 6. P. 1276.
45. *Yamauchi Y., Takeda K., Nobuta Y., Hino T.* // *J. Nuclear Materials*. 2009. V. 390. P. 1048.
46. *Masuzaki S., Ashikawa N., Nishimura K., Tokitani M., Hino T., Yamauchi Y., Nobuta Y., Yoshida N., Miyamoto M., Sagara A.* // *Fusion Science and Technology*. 2010. V. 58. P. 297.
47. *Tokitani M., Miyamoto M., Tokunaga K., Fujiwara T., Yoshida N., Komori A., Masuzaki S., Ashikawa N., Inagaki S., Kobuchi T.* // *Nuclear Fusion*. 2005. V. 45. P. 1544.
48. *Suzuki H., Ohyabu N., Komori A., Morisaki T., Masuzaki S., Miyazawa J., Sakamoto R., Shoji M., Goto M., Morita S.* // *J. Nuclear Materials*. 2003. V. 313. P. 297.
49. *Khan Z., George S., Semwal P., Dhanani K.R., Pathan F.S., Paravastu Y., Raval D.C., Babu G.R., Khan M.S., Pradhan S.* // *Fusion Engineering and Design*. 2016. V. 103. P. 69.
50. *Kogut D., Douai D., Hagelaar G., Pitts R.* // *J. Nuclear Materials*. 2015. V. 463. P. 1113.
51. *Miyamoto M., Tokitani M., Tokunaga K., Fujiwara T., Yoshida N., Masuzaki S., Komori A.* // *J. Nuclear Materials*. 2004. V. 329. P. 742.
52. *Rasouli C., Davani F.A.* // *Plasma Phys. Rep.* 2017. V. 43. P. 1.
53. *Pourshahab B., Abdi M., Sadighzadeh A., Rasouli C.* // *Phys. Plasmas*. 2016. V. 23. P. 072501.
54. *Pourshahab B., Sadighzadeh A., Abdi M.R., Rasouli C.* // *Plasma Phys. Rep.* V. 43. P. 280.
55. *Pourshahab B., Abdi M.R., Sadighzadeh A., Rasouli C.* // *Phys. Plasmas*. 2016. V. 23. P. 072501.
56. *Rasouli C., Pourshahab B., Hosseini Pooya S.M., Orouji T., Rasouli H.* // *Rev. Scientific Instruments*. 2014. V. 85. P. 053509.
57. *Pourshahab B., Rasouli C., Hosseini Pooya S.M., Rasouli H., Sadighzadeh A., Habibi H.* // *J. Fusion Energy*. 2013. V. 32. P. 451.
58. *Rasouli C., Irajy D., Farahbod A.H., Akhtari K., Rasouli H., Modarresi H., Lamehi M.* // *Rev. Scientific Instruments*. 2009. V. 80. P. 013503.
59. *Rasouli H., Fatehi A.* // *Rev. Scientific Instruments*. 2014. V. 85. P. 12350.
60. *Rasouli H., Rasouli C., Koochi A.* // *Rev. Scientific Instruments*. 2013. V. 84. P. 023504.
61. *Rasouli C., Abbasi Davani F.* // *Plasma Phys. Rep.* 2017. V. 43. P. 1.
62. *Sedighi F., Kouhi A., Irajy D., Rasouli C., Shirani Bidabadi B., Seyedhabashi M.M., Rasouli H.* // *Plasma Research Express*. 2020. V. 2. P. 035001.
63. *Rafi-kheiri H., Kakuee O., Lamehi-Rachti M.* // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 2016. V. 371. P. 46.
64. *Petty T.J., Baldwin M.J., Hasan M.I., Doerner R.P., Bradley J.W.* // *Nuclear Fusion*. 2015. V. 55. P. 093033.
65. *Baldwin M.J., Doerner R.P.* // *J. Nuclear Materials*. 2010. V. 404. P. 165.
66. *Mayer M.* // *AIP Conference Proceedings*. 1999. V. 475. P. 541.
67. *Shu W., Luo G.-N., Yamanishi T.* // *J. Nuclear Materials*. 2007. V. 367. P. 1463.
68. *Sze F.C., Doerner R.P., Luckhardt S.* // *J. Nuclear Materials*. 1999. V. 264. P. 89.
69. *Ye M., Kanehara H., Fukuta S., Ohno N., Takamura S.* // *J. Nuclear Materials*. 2003. V. 313. P. 72.
70. *Ueda Y., Coenen J.W., De Temmerman G., Doerner R.P., Linke J., Philipps V., Tsitrone E.* // *Fusion Engineering and Design*. 2014. V. 89. P. 901.
71. *Ungár T.* // *Scripta Materialia*. 2004. V. 51. P. 777.
72. *Dutta N.J., Buzarbaruah N., Mohanty S.R.* // *J. Nuclear Materials*. 2014. V. 452. P. 51.
73. *Monshi A., Foroughi M.R., Monshi M.R.* // *World J. Nano Sci. Engineering*. 2012. V. 2. P. 154.
74. *Liu Y.-N., Wu T., Yu Y., Li X.-C., Shu X., Lu G.-H.* // *J. Nuclear Materials*. 2014. V. 455. P. 676.
75. *Grigorev P., Terentyev D., Bonny G., Zhurkin E.E., Van Oost G., Noterdaeme J.-M.* // *J. Nuclear Materials*. 2015. V. 465. P. 364.

76. Dasgupta D., Kolasinski R., Friddle R.W., Du L., Maroudas D., Wirth B.D. // Nuclear Fusion. 2019. V. 59. P. 086057.
77. Budaev V.P. // JETP Lett. 2017. V. 105. P. 307.
78. Budaev V.P., Khimchenko L.N. // Physica A: Statistical Mechanics and its Applications. 2007. V. 382. P. 359.
79. Budaev V.P. // Phys. Lett. A. 2017. V. 381. P. 3706.
80. Budaev V.P., Martynenko Y.V., Khimchenko L.N., Zhitlukhin A.M., Klimov N.S., Pitts R.A., Linke J., Bazylev B., Belova N.E., Karpov A.V., Kovalenko D.V., Podkovyrov V.L., Yaroshevskaya A.D. // Plasma Phys. Rep. 2013. V. 39. P. 910.
81. Fedorovich S.D., Budaev V.P., Martynenko Y.V., Karpov A.V., Gubkin M.K., Lukashovsky M.V., Lazukin A.V., Marchenkov A.Yu., Gerasimov D.N., Van Oost G., Sviridov E.V., Shestakov E.A., Voinkova I.V., Gvozdevskaya D.S., Rogozin K.A., Zakletsky Z.A. // J. Physics: Confer. Series. 2019. V. 1370. P. 012044.
82. Ito A.M., Takayama A., Oda Y., Tamura T., Kobayashi R., Hattori T., Ogata S., Ohno N., Kajita S., Yajima M., Noiri Y., Yoshimoto Y., Saito S., Takamura S., Murashima T., Miyamoto M., Nakamura H. // J. Nuclear Materials. 2015. V. 463. P. 109.