

УДК 538.95

УДЕРЖАНИЕ ДЕЙТЕРИЯ В ПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ ВОЛЬФРАМА, ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ОБЛУЧЕННОМ ИОНАМИ ГЕЛИЯ

© 2020 г. З. Р. Арутюнян¹*, Ю. М. Гаспарян¹, В. С. Ефимов¹, С. А. Рябцев¹, А. А. Писарев¹

¹Федеральное государственное автономное учреждение науки
«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

*E-mail: arutyunyan@plasma.mephi.ru

Поступила в редакцию 09.01.2020 г.

После доработки 07.02.2020 г.

Принята к публикации 26.02.2020 г.

Накопление ионов дейтерия в вольфраме, предварительно облученном ионами гелия, исследован методом термодесорбционной спектроскопии. Предварительное облучение выполнено пучком ионов He^+ с энергией 3 кэВ дозами в интервале 10^{19} – 10^{21} $\text{He} \cdot \text{м}^{-2}$ с целью создания структуры дефектов, характерной для разных стадий повреждения. Затем образцы облучали ионами D_3^+ с энергией 2 кэВ до дозы 10^{19} $\text{D} \cdot \text{м}^{-2}$, после чего проводили термодесорбционный анализ для характеристики взаимодействия дейтерия с созданными дефектами. Показано, что уже при минимальной дозе предоблучения ионами гелия наблюдается увеличение эффективности удержания дейтерия в вольфраме, а при дозах свыше $5 \cdot 10^{21}$ $\text{He} \cdot \text{м}^{-2}$ содержание дейтерия резко падает и сравнимо с уровнем фона в ходе данных экспериментов.

DOI: 10.31857/S0367676520060046

ВВЕДЕНИЕ

В будущих термоядерных установках при горении дейтерий-тритиевой (DT) плазмы обращенные к плазме элементы (ОПЭ) стенки будут подвергаться воздействию интенсивных потоков частиц — изотопов водорода, а также гелия и нейтронов, возникающих в процессе реакции синтеза. Кроме того, строящийся международный экспериментальный термоядерный реактор ИТЕР будет работать с гелиевой плазмой перед полноценным запуском на DT-топливе [1]. В связи с перечисленными обстоятельствами исследование различных аспектов взаимодействия гелия с материалами ОПЭ, включая его влияние на накопление изотопов водорода в термоядерных реакторах, представляет повышенный интерес.

Благодаря своим физическим свойствам, таким как высокая температура плавления и теплопроводность, малый коэффициент физического распыления, вольфрам будет использован в качестве материала для наиболее нагруженных ОПЭ в ИТЕР в области дивертора [1] и рассматривается в качестве одного из приоритетных материалов для ОПЭ будущих термоядерных реакторов [2].

Ранее в ряде работ было показано, что добавление примеси гелия в дейтериевую плазму приводит к уменьшению скорости накопления дейтерия в вольфраме [3, 4]. Механизмы этого про-

цесса не до конца ясны. В данной работе исследованы захват и газовыделение дейтерия и гелия в поверхностном слое вольфрама при последовательном облучении ионами гелия и (малой дозой) ионами дейтерия методом термодесорбционной спектроскопии (ТДС). Использование малой дозы ионов дейтерия позволяет характеризовать взаимодействие дейтерия с поврежденным гелием поверхностным слоем вольфрама без внесения значительных дополнительных изменений.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Эксперименты проводились на сверхвысоковакуумной установке МЕДИОН, общая схема которого представлена на рис. 1. К основному ионному каналу, позволяющему проводить облучение размещаемых в основной камере образцов моноэнергетическим масс-сепарированным пучком ионов дейтерия, был добавлен дополнительный ионный канал для независимого облучения ионами гелия. Ионные каналы дейтерия и гелия расположены таким образом, что соответствующие ионные пучки направляются в основную камеру под углом 45° относительно друг друга. Кроме того, как и ранее, установка МЕДИОН позволяет совмещать процесс облучения с последующей термодесорбционной

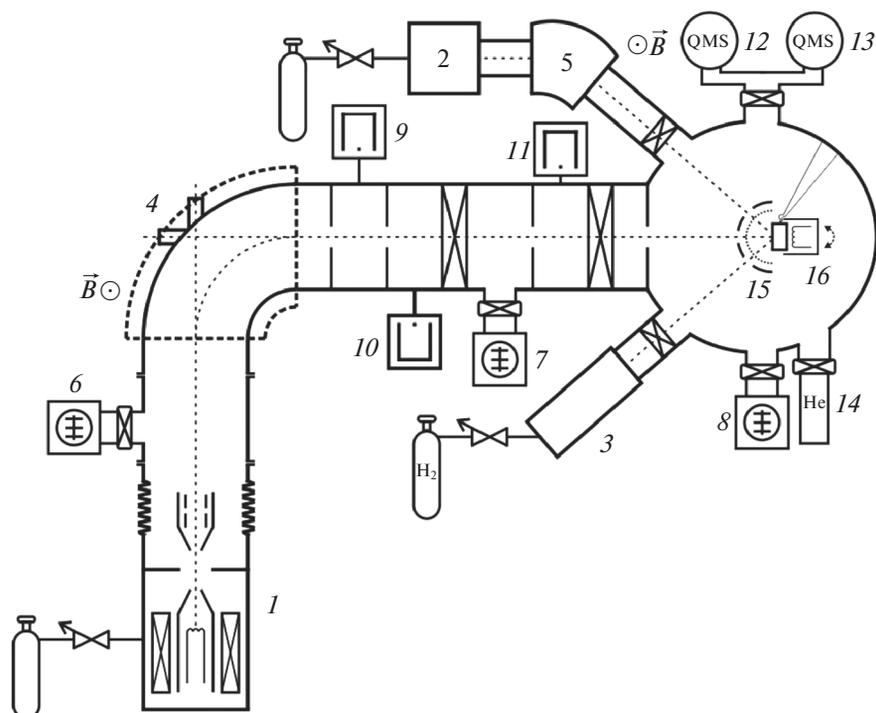


Рис. 1. Схема установки МЕДИОН: 1 – источник ионов дейтерия, 2 – источник ионов гелия, 3 – источник атомарного водорода (конструируется), 4–5 – сепарирующие магниты, 6–8 – турбомолекулярные насосы, 9–11 – магниторазрядные насосы, 12, 13 – квадрупольные масс-спектрометры, 14 – гелиевая течь, 15 – трехпучковая диафрагма, 16 – нагревательная система.

спектроскопией облученных образцов, проводимой *in vacuo* в той же камере.

Основной ионный канал (подробное описание в [5]) состоит из источника ионов типа дуоплазматрон, позволяющего облучение ионами различных газов с энергией 1–10 кэВ, фокусирующей системы и сепарирующего секторного магнита. На пути между магнитом и образцом пучок проходит через систему диафрагм дифференциальной откачки, что обеспечивает низкое давление рабочего газа в камере облучения. Второй ионный канал также оснащен системой фокусировки, сепарирующим магнитом, диафрагмой дифференциальной откачки и позволяет облучать образцы ионами He^+ с энергией 0.3–5 кэВ без подачи тормозящего потенциала на образец-мишень.

Основная камера установки МЕДИОН откачивается до предельного остаточного давления менее $2 \cdot 10^{-8}$ мбар. Облучаемый образец располагается на держателе, который крепится на вертикальном изолированном штоке. В основную камеру образец вводится через шлюзовую систему посредством движения, ход которого составляет 20 см. Шлюзовая камера отделена от основной ручным проходным клапаном, а также оснащена своей собственной системой напуска

азота для снижения количества адсорбированного из атмосферы газа на стенках камеры при ее развакуумировании. Для замены образца шток перемещается в крайнее верхнее положение, которое соответствует полностью поднятому в шлюзовую камеру образцу, после чего проходной клапан перекрывается, и в шлюзовую камеру осуществляется напуск азота. Таким образом, в ходе серии экспериментов основная камера не подвергается развакуумированию. Помимо образца на держателе на расстоянии не более 5 мм от образца устанавливается вольфрамовая нить, используемая для нагрева образца в ходе проведения ТДС и в ходе облучения. Линейность нагрева во время ТДС обеспечивается системой пропорционально-интегрально-дифференцирующего (ПИД) регулирования. Температура образца контролируется посредством приваренной к нему W–Re-термопары. Для повышения эффективности нагрева образца позади нагревателя установлен экран из молибдена. Предельная температура омического нагрева образца в текущей конфигурации составляет 1500 К и ограничена мощностью блока питания нагревательной системы. Предусмотрена также возможность подачи потенциала на нагреватель для нагрева образца ускоренными электронами.

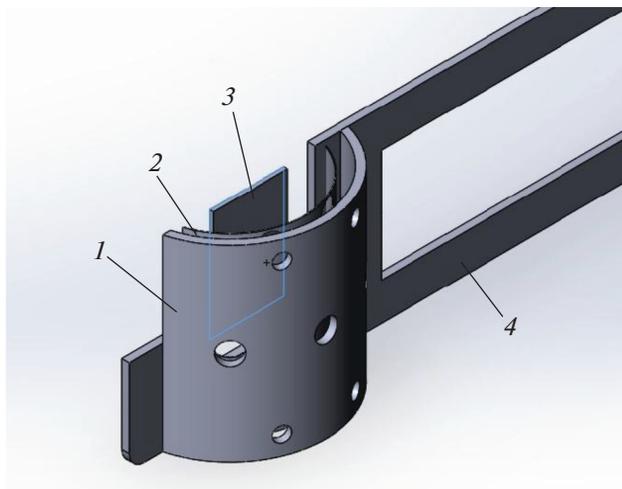


Рис. 2. Трехпучковая диафрагма установки МЕДИОН: 1 – диафрагма, 2 – сетка, 3 – образец (держатель образца скрыт), 4 – пластина для крепления диафрагмы.

Кроме диафрагм дифференциальной откачки в основной камере установки МЕДИОН имеется отдельная трехпучковая диафрагма цилиндрической формы с тремя отверстиями диаметром 3 мм, расположенными под углом 45° друг к другу (рис. 2). Эта диафрагма размещена на стальной пластине и может перемещаться в горизонтальном направлении внутри основной камеры. В представленных экспериментах пучок ионов дейтерия направляли на образец по нормали, а ионный пучок гелия – под углом 45° к нормали, вследствие чего зона облучения образца ионами гелия имела форму эллипса и ее площадь превышала площадь зоны облучения дейтерием, т.е. часть образца облучалась только гелием. Перед началом серии экспериментов по последовательному облучению вольфрама ионами гелия и дейтерия диафрагма была отъюстирована под максимальное перекрытие зон, облучаемых каждым пучком, т.е. таким образом, чтобы зона облучения ионами гелия полностью перекрывала зону облучения ионами дейтерия. В ходе ТДС диафрагма перемещалась в один из патрубков, чтобы избежать ее нагрева и фонового газовыделения. Трехпучковая диафрагма также была оснащена сеткой из молибдена, на которую с целью подавления вторичной электронной эмиссии с образца и диафрагмы подавался отрицательный потенциал 30 В. Сама диафрагма была изолирована от корпуса установки, что позволяло измерять ток поступающего на нее пучка для более точной юстировки.

В экспериментальной серии были использованы образцы размером $6 \times 6 \text{ мм}^2$, отрезанные от фольги поликристаллического вольфрама толщиной 50 мкм и чистотой 99.95% (производство Plansee, Германия). Для минимизации концентрации дефектов все образцы были предваритель-

но отожжены в вакууме при температуре 2000 К в течение 30 минут.

Для насыщения гелием поверхностного слоя образец вначале облучался масс-сепарированным пучком ионов He^+ с энергией 3 кэВ до доз в диапазоне $10^{19} - 10^{22} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2}$ при комнатной температуре, угол облучения 45° . В работе [6] в этом диапазоне доз наблюдалось интенсивное изменение спектров термодесорбции гелия, свидетельствующее об изменении структуры дефектов. Далее для изучения взаимодействия дейтерия с созданными дефектами проводили облучение малой дозой ($10^{19} \text{ D} \cdot \text{м}^{-2}$) ионов D_3^+ с энергией 2 кэВ ($0.67 \text{ кэВ} \cdot \text{D}$). Аналогичное облучение было успешно использовано ранее для изучения взаимодействия дейтерия с различными дефектами в вольфраме [7, 8]. Средний поток ионов дейтерия D_3^+ составлял $4 \cdot 10^{17} \text{ D} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$, а ионов гелия He^+ – $3.5 \cdot 10^{17} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$.

Спустя 120 минут после облучения ионами дейтерия проводился ТДС-анализ со скоростью нагрева $2 \text{ K} \cdot \text{с}^{-1}$ без выноса образца на атмосферу. Максимальная температура нагрева в ходе ТДС составляла 1000 К. Предполагалось, что этой температуры достаточно, чтобы обеспечить полный выход дейтерия и минимизировать изменение структуры дефектов.

Выход газов из образца при нагреве регистрировался при помощи двух квадрупольных масс-спектрометров (QMS). Для разрешения сигналов газов D_2 и He , имеющих близкую массу, использовался квадрупольный масс-спектрометр Hiden Hal 51, позволяющий проводить измерения с изменением энергии ионизирующих электронов [9]. Измерения проводились с энергией электронов 19 эВ (Hiden-19 эВ), что ниже порога ионизации гелия и позволяет выделить сигнал дейтерия, и с энергией 31 эВ (Hiden-31эВ), при которой измеряется сумма сигналов гелия и дейтерия. Для измерения сигналов прочих масс, в число которых входят H_2 , H_2O и дейтерий-содержащие массы, использовался квадрупольный масс-спектрометр PfeifferVacuum QME 100 (Pfeiffer) с фиксированной энергией электронов 63 эВ. После каждого отдельного ТДС-анализа проводился контроль чувствительности обоих масс-спектрометров с помощью гелиевой течи.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 приведено сравнение сигналов двух масс-спектрометров в относительных единицах для одного из экспериментов. Можно видеть очень хорошее совпадение в области низких температур сигнала Pfeiffer и Hiden-31эВ. При этом сигнал Hiden-19 эВ находится на уровне фона, что говорит о том, что в этой области происходит толь-

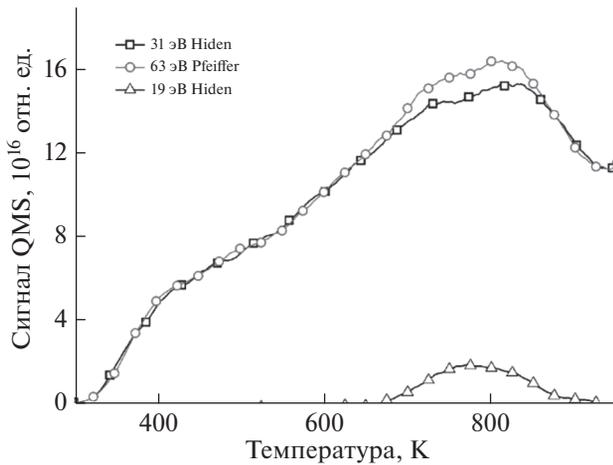


Рис. 3. Сравнение сигналов двух масс-спектрометров (Hiden и Pfeiffer) при одновременном выходе дейтерия и гелия из образца.

ко десорбция гелия. В области температур 700–900 К, появляется сигнал Hiden-19эВ и наблюдается расхождение сигналов Pfeiffer и Hiden-31эВ, что говорит об одновременной десорбции гелия и дейтерия. Разница Pfeiffer и Hiden-31эВ обусловлена разным соотношением сечения ионизации гелия и дейтерия при различных энергиях электронов. Таким образом, можно наглядно видеть возможность эффективного разделения сигналов дейтерия и гелия.

На рис. 4а представлена зависимость содержания дейтерия в вольфраме от интегральной дозы предварительного облучения ионами гелия. Для сравнения приведена зависимость интегрального накопления гелия от дозы облучения в вольфраме

на основе данных из работы [6], где термодесорбционные измерения после аналогичного облучения, но при нормальном угле падения, проводились до температуры 2500 К.

В отсутствие предварительного облучения ионами гелия и, соответственно, радиационных дефектов в поверхностном слое вольфрама, содержание дейтерия было на уровне фона в ходе данной серии экспериментов (порядка $10^{16} \text{ D} \cdot \text{м}^{-2}$). В дальнейшем, уже при минимальной дозе облучения ионами гелия ($1 \cdot 10^{19} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2}$) содержание дейтерия резко увеличивалось, достигая значения $(1.5\text{--}2.0) \cdot 10^{18} \text{ D} \cdot \text{м}^{-2}$, что соответствует захвату большей части внедренных ионов дейтерия (коэффициент отражения $R \approx 0.6$). Захват гелия в интервале доз $10^{19}\text{--}2 \cdot 10^{21} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2}$ также большой и составляет 50–60% от дозы облучения, что соответствует почти полному захвату с поправкой на коэффициент отражения. Таким образом, высокая эффективность захвата наблюдается и для гелия, и для дейтерия.

При дозах выше $10^{21} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2}$ интегральное накопление дейтерия начинает заметно спадать и при максимальной дозе выходит на уровень фона, т.е. удержание дейтерия практически не наблюдалось. Если сравнивать графики на рис. 4а, можно увидеть насыщение в накоплении гелия при близких дозах.

На рис. 4б представлено несколько характерных спектров термодесорбции дейтерия из вольфрама, поврежденного гелием. Все спектры из данной серии имели один пик, однако положения пика менялось. С увеличением дозы облучения гелия происходило увеличение температуры максимума термодесорбции дейтерия, от 450 до 780 К. Таким образом, можно говорить о транс-

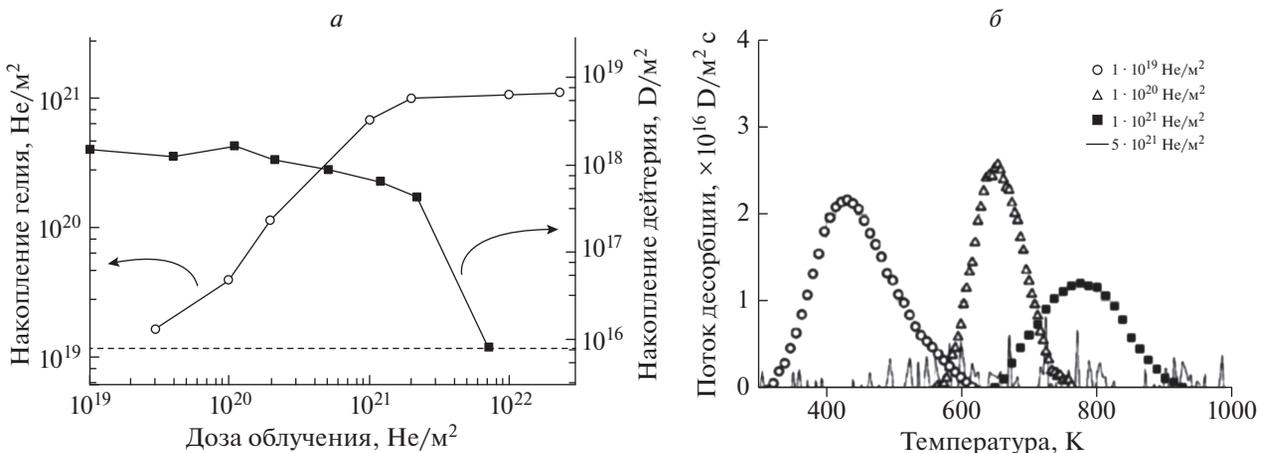


Рис. 4. Данные термодесорбции гелия и дейтерия из вольфрама, предоблученного ионами He^+ с энергией 3 кэВ: а – дозовая зависимость интегрального накопления гелия и дейтерия: фон дейтерия – штриховая линия; гелий – светлые кружки, дейтерий – квадраты; б – спектры термодесорбции дейтерия из вольфрама, предварительно облученного ионами гелия до доз $10^{19}\text{--}5 \cdot 10^{21} \text{ He} \cdot \text{м}^{-2}$.

формации структуры дефектов в поверхностном слое. Ожидается, что с увеличением дозы гелия происходит рост гелий-вакансионных кластеров. Энергия связи дейтерия с ними вполне может увеличиваться с увеличением их размера, что приводит к смещению пика термодесорбции. Важно отметить, что в наших экспериментах использовалась небольшая доза облучения ионами дейтерия и из данных результатов нельзя сделать вывод о том, что места захвата с низкой энергией связи пропадают с появлением более энергетически выгодных.

При максимальной дозе предоблучения ионами гелия, как отмечалось выше, сигнал десорбции дейтерия не наблюдается, что вызвано, по всей видимости, отсутствием свободного места для дополнительных атомов дейтерия в насыщенном гелием слое, а также невозможности замещения атомов гелия дейтерием.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе исследовались захват и термодесорбция дейтерия из вольфрама при предварительном повреждающем облучении ионами гелия. Было показано, что уже при минимальной дозе (10^{19} He · м⁻²) наблюдается высокая эффективность захвата дейтерия. Наблюдалось увеличение температуры выхода дейтерия с ростом дозы ионов гелия, что говорит о появлении ловушек с большей энергией связи. При дозе предварительного облучения ионами гелия свыше 10^{21} He · м⁻² эффективность

захвата дейтерия резко падает, что коррелирует с выходом на насыщение концентрации гелия в вольфраме. При максимальных дозах ионов гелия ($>5 \cdot 10^{21}$ He · м⁻²) десорбции дейтерия не наблюдалось.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 17-72-20191).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Pitts R.A., Bonnin X., Escourbiac F. et al.* // Nucl. Mater. Engin. 2019. V. 20. Art. № 100696.
2. *Bachmann C., Arbeiter F., Boccaccini L.V., Coleman M. et al.* // Fus. Engin. Des. 2016. V. 112. P. 527.
3. *Ueda Y., Peng H.Y., Lee H.T. et al.* // J. Nucl. Mater. 2013. V. 442. P. 267.
4. *Baldwin M.J., Doerner R.P.* // Nucl. Fus. 2017. V. 57. Art. № 076031.
5. *Ефимов В.С., Гаспарян Ю.М., Писарев А.А.* // Поверхность. Рентг., синхротр. и нейтр. иссл. 2013. № 5. С. 79; *Efimov V.S., Gasparyan Y.M., Pisarev A.A.* // J. Surf. Invest. X-ray Synchrotron. Neutr. Tech. 2013. V. 7. № 3. P. 472.
6. *Gasparyan Yu., Ryabtsev S., Efimov V. et al.* // Phys. Scr. 2020. № T171. Art. № 014017.
7. *Zibrov M., Ryabtsev S., Gasparyan Yu., Pisarev A.* // J. Nucl. Mater. 2016. V. 477. P. 292.
8. *Ryabtsev S., Gasparyan Yu., Zibrov M. et al.* // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B. 2016. V. 382. P. 101.
9. *Ogorodnikova O.V., Klimov K.S., Poskagalov A.G. et al.* // J. Nucl. Mater. 2019. V. 515. P. 150.