#### УДК 533.924

# ЗАХВАТ ДЕЙТЕРИЯ В ПЛАЗМЕННО-НАПЫЛЕННЫЙ ВОЛЬФРАМ

### А.В. Голубева, В.А. Курнаев (Московский инженерно-физический институт), М. Майер, И. Рот (Институт физики плазмы общества имени Макса Планка, г. Гархинг, Германия)

Плазменное напыление вольфрама — один из способов создания обращенного к плазме вольфрамового покрытия термоядерных установок. В работе рассматриваются особенности накопления дейтерия в плазменно-напыленном вольфраме (PSW). Образцы облучались ионами дейтерия с энергией 200 эВ/D при плотности потока ~5·10<sup>19</sup> D/(м<sup>2</sup>·c) и температуре облучения 293— 793 К. Захват дейтерия исследовался методом термодесорбции. Найдено, что в диапазоне доз облучения 5·10<sup>21</sup>—5·10<sup>23</sup> D/м<sup>2</sup> при нормальных условиях PSW накапливает в 4—5 раз большее количество дейтерия, чем поликристаллический вольфрам (PolyW). В термодесорбционном спектре PSW присутствует дополнительный высокотемпературный пик. Вероятная причина этого пика выделение дейтерия, хемосорбированного на стенках полостей, занимающих 8—9% от объема материала. Соответствующее этому пику состояние водорода в PSW материале может оказаться определяющим накопление водорода в этом материале при его использовании в термоядерных установках.

DEUTERIUM CAPTURE IN PLASMA-SPRAYED TUNGSTEN. A.V. GOLUBEVA, V.A. KURNAEV, M. MAYER, J. ROTH. Plasma spraying of tungsten is one of possibilities of creating plasma-facing coating for fusion devices. In the work the peculiarities of deuterium accumulation in plasma-sprayed tungsten (PSW) are considered. The samples were irradiated by deuterium ions with energy of 200 eV per deuteron, at flux  $\sim 5 \cdot 10^{19}$  D/(m<sup>2</sup>s) and temperature 293-793 K. The deuterium retention was investigated by means of the thermodesorption spectra (TDS) measurements. It was found that in the interval  $5 \cdot 10^{21}$ — $5 \cdot 10^{23}$  D/m<sup>2</sup> of fluences at normal conditions PSW accumulates 4—5 times higher amount of deuterium than polycrystalline tungsten (PolyW). An additional high-temperature peak is present in TDS of PSW. The possible explanation of the peak is release of deuterium chemisorbed on the walls of cavities occuping 8— 9% of material voluem. The corresponding to this peak state of hydrogen in PSW could give main contribution in hydrogen retention in the material in the case of PSW using in fusion devices.

### введение

В качестве обращенных к плазме материалов (ОПМ) реактора ИТЭР выбраны бериллий, углерод и вольфрам. Вольфрам благодаря его высокой температуре плавления, высокому порогу физического распыления и отсутствию химического распыления водородом выбран для покрытия внутренних поверхностей дивертора, за исключением наиболее энергонапряженной области, где будут использованы углеродные композитные материалы. Потенциальная опасность использования вольфрама как ОПМ заключается в том, что при попадании в область горячей плазмы он будет вызывать ее охлаждение излучением. Однако недавний опыт использования вольфрамового покрытия в ряде токамаков показывает, что примесь вольфрама в плазме может оставаться существенно ниже критической [1, 2] вследствие того, что большая часть распыленных атомов вольфрама переосаждается вблизи того места, откуда они были распылены, и не попадает в плазму [3, 4]. Поэтому в настоящее время активно обсуждается вопрос о возможном покрытии вольфрамом всех обращенных к плазме элементов конструкции термоядерного реактора [5].

Площадь обращенного к плазме вольфрамового покрытия в реакторе ИТЭР будет составлять не менее 140 м<sup>2</sup>. Одним из способов создания вольфрамового покрытия является набрызгивание в вакууме на подложку капель расплавленного металла, вводимого в горячую плазменную струю в виде порошка или проволоки. В дальнейшем для краткости этот процесс именуется плазменным напылением, а получаемый материал — плазменно-напыленным вольфрамом (PSW). После нанесения слоя покрытия проводится его высокотемпературный отжиг. Особенностями PSW являются неровность его поверхности и наличие полостей в объеме материала. Преимуществом данного покрытия являются его улучшенные по сравнению с другими вольфрамовыми покрытиями термомеханические свойства [6]. При тепловых нагрузках вплоть до 15 МВт/м<sup>2</sup> PSW-покрытие не разрушается из-за растрескивания, поскольку распространение возникающих трещин останавливается после их пересечения с полостью в материале. При диффузии дейтерия сквозь PSW-покрытие молекулы пересекают большое количество внутренних поверхностей, что замедляет их проникновение в глубь материала. Поэтому потоки, проникающие сквозь PSW-покрытия, оказываются существенно меньше, чем, например, сквозь вольфрамовое покрытие, химически осажденное из газовой фазы [7]. Таким образом, предполагается, что в случае использования плазменно-напыленного вольфрама в качестве ОПМ ТЯР утечка радиоактивного трития через него будет существенно меньше, чем через непористые покрытия. Кроме того, преимуществом PSW-покрытия при использовании в термоядерной установке является возможность его восстановления без замены облицовочных плит, не вскрывая вакуумную камеру.

Лабораторные исследования накопления водорода плазменно-напыленным вольфрамом представлены всего двумя работами. Исследование [8] проводилось в преддверии кампании токамака ASDEX 1995 г., в которой PSW впервые должен был использоваться для частичной облицовки дивертора. Путем термодесорбционных и ре-эмиссионных измерений исследовался захват дейтерия с начальной энергией 100 эВ/D в поликристаллический и два различных плазменно-напыленных вольфрама производства фирм Plansee-AG и CEN-Cadarache. При дозе облучения  $10^{22}$  D/м<sup>2</sup> количество дейтерия, захваченного в PolyW, было вдвое меньше, чем в PSW производства Plansee-AG, и втрое меньше, чем в PSW производства CEN-Cadarache. Разницу в захвате авторы связывают с разной пористостью образцов, которая составляет менее 1% для PolyW, 8—9% для PSW производства Plansee-AG и 15—20% для PSW производства CEN-Cadarache. Термосорбционный спектр (ТДС) PSW производства Plansee-AG, полученный при скорости нагрева 5 К/с, имел двухпиковую структуру с максимумами при ~550 и 700 К. Авторы заключили, что прогрев до 600—650 К достаточен для высвобождения всего захваченного PSW дейтерия. В работе [9] исследовался захват дейтерия в пять различных вольфрамовых материалов, включая PSW. Регистрировалось количество дейтерия, накопленного материалами к моменту достижения равенства внедряющегося и ре-эмиссионного потоков дейтерия. Количество накапливаемого дейтерия оказалось одинаковым для PSW и поликристаллического вольфрама (PolyW) для выбранных температур облучения 300, 600 и 900 К. ТДС PSW, полученный при скорости нагрева 4,6 К/с, имел дополнительный по сравнению с ТДС PolyW пик при температуре около 950 К. Основное же количество захваченного дейтерия выделялось при прогреве при ~400 К.

Таким образом, существующие данные о взаимодействии водорода с плазменно-напыленным вольфрамом противоречивы и далеко не полны (в частности, отсутствуют сведения о влиянии дозы и температуры облучения на накопление), что и послужило причиной проведения описываемых исследований.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**Исследовавшиеся материалы.** В данной работе проводилось сравнительное исследование накопления в поликристаллическом и плазменно-напыленном вольфраме дейтерия, внедренного при ионном облучении.

Поликристаллический вольфрам представлял лист толщиной 1 мм и являлся продуктом порошковой металлургии и последующей горячей прокатки. Содержание вольфрама в материале составляет 99,95% весовых, содержание примесей (в долях на миллион): Ca < 20, Cu < 20, Fe 20, Mg < 10, Mo 150, Ni < 20, Pb < 50, Si < 50, Sn < 30, Ti < 20, C 30, H 6, N 10. Из материала вырезались образцы размером 12×15 мм, которые подвергались механической полировке, полировке в электролитическом растворе (1% NaOH) и трехчасовому отжигу в вакууме при остаточном давлении ~ $10^{-3}$  Па и температуре 1500 К с целью снижения числа дефектов в материале. Размеры кристаллитов после высокотемпературного отжига составляли 1—5 мкм.

Образцы плазменно-напыленного вольфрама (PSW) размером 12×15 мм были вырезаны из никогда не экспонировавшейся в плазме облицовочной плитки установки ASDEX. Облицовочные плитки токамака ASDEX Upgrade представляют собой графитовые бруски размером 160×80×30 мм, обращенная к плазме поверхность которых покрыта PSW толщиной 500 мкм. Покрытие производилось фирмой Plansee AG. Чистота вольфрамового покрытия составляет 99,98% весовых. Основной примесью является кислород. Для предотвращения диффузии графита в вольфрам и образования карбида вольфрама на графитовую подложку перед нанесением вольфрамового покрытия путем химического осаждения из газовой фазы наносят промежуточный слой рения толщиной 10 мкм. При нанесении вольфрамового покрытия частички металла вводятся в горячую плазменную струю, которая уносит расплавленные капли в направлении подложки, где происходит быстрое застывание капель. После нанесения слоя PSW на подложку производился высокотемпературный отжиг материала (в течение 1 ч при 1400 К). При этом осажденные слои вольфрама

спекаются, и материал становится однородным в сечении, без видимой слоистости структуры (рис. 1,  $\delta$ ). Следствием процесса изготовления является очень развитая поверхность PSW (рис. 1, a), а также наличие в материале полостей, занимающих, согласно [8], 8—9% объема. Поскольку напыление и последующее остывание нанесенного слоя происходят в вакууме, где основным компонентом остаточного газа является инертный газ, окислов вольфрама на внутренних поверхностях полостей не образуется. Образцы PSW не подвергались предварительной полировке и длительному высокотемпературному отжигу с целью сохра-



Рис. 1. Поверхность (*a*) и срез (б) PSW. Изображения получены с помощью сканирующего электронного микроскопа при одинаковом увеличении

нения свойств покрытия, использовавшегося в токамаке ASDEX Upgrade. Удаление графита с обратной поверхности образцов не производилось, поскольку за время проведения экспериментов дейтерий не успевает преодолеть слой вольфрамового покрытия. Это подтверждается отсутствием в ТДС PSW пика при ~800 К, характерного для десорбции дейтерия с поверхности графита в составе углеводородов.

Экспериментальное оборудование. Эксперименты проводились на масс-монохроматоре «Высокопоточный ионный источник» [10] Отдела материаловедения Института физики плазмы общества имени Макса Планка. Установка позволяет проводить облучение образцов моноэнергетическим пучком ионов выделенной массы до 20 а.е.м. в интервале энергий 30 эВ —7 кэВ и изучать накопление ионов водорода в материалах методом термодесорбции. Основными компонентами установки являются ионный источник, система дифференциальной откачки, магнитный масс-анализатор и камера взаимодействия, снабженная шлюзовым объемом. Давление остаточного газа в камере меньше  $5 \cdot 10^{-7}$  Па, основным компонентом остаточного газа является водород. Во время облучения давление в камере взаимодействия ухудшается до  $10^{-5}$  Па из-за потока нейтрального рабочего газа из источника. Состав газа во время облучения и при последующей регистрации термодесорбционных спектров регистрируется с помощью квадрупольного масс-спектрометра. Регистрировались сигналы H<sub>2</sub>, HD, D<sub>2</sub>, HO, H<sub>2</sub>O, CO, CD<sub>4</sub> и ряда углеводородов. Калибровка анализатора по потоку дейтерия осуществлялась по выделению дейтерия, внедренного в титановый образец с начальной энергией 1 кэB/D. В этих условиях при дозе облучения ~ $10^{22}$  D/м<sup>2</sup> весь внедренный в титан дейтерий захватывается. Коэффициент отражения определялся путем моделирования отражения с помощью кода SCATTER [11].

Нагрев мишени в диапазоне 290—1273 К осуществляется электронным ударом с обратной (не облучавшейся) стороны образца. Регулируя мощность нагрева, можно установить фиксированную температуру или осуществлять линейный нагрев образца со скоростью ~5 К/с. Температура контролируется инфракрасным пирометром, который калибруется по показаниям оптического пирометра с вольфрамовой нитью накала. В описываемых экспериментах облучение проводилось молекулярными ионами  $D_3^+$  с энергией 200 эВ/D под нормальным углом при температуре образца 290—700 К. Плотность потока ионов на мишень составляла ~5·10<sup>19</sup> D/(м<sup>2</sup>·с). Дозы облучения выбирались в интервале 5(10<sup>21</sup>—10<sup>24</sup>) D/м<sup>2</sup>. Ионное облучение не приводило к дополнительному нагреву образцов.

Количество захваченных частиц определялось путем регистрации выделяющегося из образца потока дейтерия при прогреве образца с фиксированной скоростью нагрева.

**Регистрация ТДС**. После помещения в камеру взаимодействия каждый образец подвергался десятиминутному отжигу при  $T \sim 1100$  K, что позволяет удалить сорбированные примеси, не изменяя структуру материала. Облучение начиналось после полного остывания образца.

Термодесорбционные исследования на установке «Высокопоточный ионный источник» затруднены из-за высокого парциального давления нейтрального рабочего газа в камере взаимодействия. В условиях высокого фона молекулярного дейтерия в процессе облучения происходит осаждение дейтерия на всех поверхностях камеры. При прогреве облученного образца нагреваются и близкие к мишени элементы конструкции. Они нагреваются до значительно меньших, нежели мишень, температур, однако увеличение температуры на 50 К может быть уже достаточно для десорбции дейтерия. Для выделения потока дейтерия, десорбирующегося именно с поверхности образца, была разработана следующая экспериментальная процедура (рис. 2).



Рис. 2. Получение термодесорбционного спектра на примере образца плазменно-напыленного вольфрама (PSW), облученного ионами дозой ~ $5 \cdot 10^{22}$  D/m<sup>2</sup> дейтерия с энергией 200 эВ/D: *а* — экспериментальная процедура: *1* — удаление дейтерия с поверхностей окружающих мишень элементов конструкции; *2* — контроль удаления дейтерия с поверхностей окружающих мишень конструкций; *3* — регистрация захваченного в образце дейтерия; *4* — измерение фонового сигнала после процедуры термодесорбционный спектр облученного образца

После облучения образец извлекался из камеры взаимодействия через шлюзовую камеру и заменялся на идентичный, но необлученный, который прогревался по линейному закону до температуры 1273 К, в процессе чего регистрировался поток выделяющегося газа (кривая 1 на рис. 2, а). При этом, поскольку необлученный образец не содержит дейтерия, зарегистрированная зависимость газовыделения от температуры мишени соответствует дейтерию, десорбирующемуся с близких к мишени поверхностей. После остывания (приблизительно через полчаса после первого прогрева) образец прогревался повторно (кривая 2 на рис. 2, а). При повторном прогреве сигнал дейтерия монотонно возрастает с ростом температуры, пики на кривой 2 отсутствуют. Сравнение первой и второй зависимостей показывает, что дейтерий с близких к образцу конструкционных поверхностей полностью десорбировался. Далее необлученный образец извлекался из камеры взаимодействия и заменялся облученным. Прогрев облученного образца производился через 0,75—1 ч после облучения (кривая 3). Поскольку дейтерий с близких к мишени поверхностей был полностью десорбирован, кривая 3 описывает выделение газа непосредственно из облучавшегося дейтерием образца. После остывания мишень прогревалась повторно (кривая 4), демонстрируя полное удаление дейтерия из образца. Кривые 2, 4 и зависимости от времени сигнала дейтерия, десорбирующегося при последующих прогревах того же образца, имеют одинаковую форму, а амплитуда сигнала определяется временным интервалом между данным и предыдущим прогревом и вакуумными условиями в камере. Зависимость 4, полученная через ~45 мин после зависимости 3, может быть использована как фоновая для получения термодесорбционного спектра. Результирующий ТДС приведен на рис. 2, б.

Количество дейтерия, выделяемого при прогреве в составе углеводородных молекул и тяжелой воды, было много меньше выделявшегося в составе молекул  $D_2$  и HD, поэтому описанная процедура получения ТДС проводилась для сигналов  $D_2$  и HD, а результирующий сигнал дейтерия определялся как

$$\frac{dI}{dT}(T) = \frac{dI_{\rm D_2}}{dT} + \frac{1}{2}\frac{dI_{\rm HD}}{dT}.$$
(1)

В описываемой процедуре между облучением образца и регистрацией ТДС проходило 45—60 мин. Известно, что со временем происходит потеря дейтерия даже из ловушек с высокой энергией связи вследствие замещения дейтерия водородом. В данной работе доля дейтерия, вышедшего из образца поликристаллического вольфрама за время 45—60 мин после облучения, была оценена в 18—25%. Оценка проводилась путем экстраполяции зависимости  $F(\tau)$  количества захваченного газа от времени  $\tau$  между облучением образца и регистрацией спектра в точку  $\tau = 0$ . Эта оценка совпадает с данными работы [12], в которой потери дейтерия и трития из вольфрамового образца в течение 1 ч после его облучения оценивались по газовыделению изотопов водорода из образца. В дальнейшем при обсуждении количества захваченного материалом дейтерия в данной работе подразумевается то количество дейтерия, которое оставалось в образце через 1 ч после его облучения.

Следует отметить, что большинство описанных в литературе измерений захвата водорода в вольфраме получено с задержкой после облучения (достигающей недель) и экспозицией образца на атмосфере между облучением и измерением, поскольку очень часто облучение и анализ проводятся в разных установках. Экспозиция вольфрамового образца на атмосфере приводит к сорбции примесей на поверхности. При прогреве образца при регистрации ТДС возможно выделение дейтерия в соединениях с прежде сорбированными примесями (в составе различных углеводородов и в виде тяжелой воды). Однако исследования состава выделяющегося газа в настоящих экспериментах показали, что вклад этих соединений в десорбирующийся поток несуществен.

В ряде случаев для подтверждения корректности измерений по описанной процедуре облученные образцы для регистрации ТДС переносились в сверхвысоковакуумную установку TESS Отдела материаловедения Института физики плазмы общества имени Макса Планка, в которой экспериментов с дейтерием ранее не проводилось и фоновый сигнал этого газа отсутствовал. Установка позволяет осуществлять нагрев со скоростью ~1 К/с и регистрировать состав газа в камере с помощью квадрупольного массанализатора. Вследствие отсутствия шлюзового устройства регистрация ТДС в этой установке проводилась спустя 2—3 суток после облучения.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

**Термодесорбционные спектры.** На рис. 3, *а* для качественного сравнения приведены ТДС плазменно-напыленного вольфрама и поликристаллического вольфрама, облученных ионами  $D_3^+$  с энергией 200 эВ/D. Спектры получены на установке TESS с целью подтверждения наличия в ТДС PSW высокотемпературного пика.



Рис. 3. ТДС PSW: *a* — полученные на установке TESS ТДС PolyW (*1*) и PSW (*2*), облученных дейтронами с  $E_0 = 200$  эВ/D; скорость нагрева 1 К/с; спектры приведены для качественного сравнения;  $\delta$  — ТДС образца PSW, последовательно облученного дозами ~5·10<sup>21</sup> (*1*), ~10<sup>24</sup> (*2*), ~5·10<sup>21</sup> (*3*), ~5·10<sup>22</sup> (*4*) D/м<sup>2</sup> с начальной энергией ионов 200 эВ/D

ТДС PolyW имеет двухпиковую структуру. Энергия связи в соответствующих двум пикам в ТДС вольфрама состояниях оценивается в литературе как ~0,85 и 1,0—1,4 эВ [8, 13, 14]. Относительно природы ловушек, обусловливающих эти пики, согласия между исследователями нет. Распространено мнение (не являющееся, однако, единственным), что ловушками водорода с меньшей энергией связи (обусловливающими первый пик в ТДС) являются собственные междоузельные атомы и дислокации, ловушками с большей энергией связи (обусловливающими второй пик) — дефекты вакансионного типа (единичные вакансии, вакансионные кластеры, газонаполненные пузырьки).

В случае, если в объеме вольфрама были созданы полости (например, при предварительном облучении электронами, протонами, ионами гелия), наблюдается выделение водорода из состояния с большей энергией связи (1,8—2,1 эВ) — состояния хемосорбции водорода на стенках полостей в объеме материала [13].

Пики в ТДС PSW значительно шире, чем в PolyW. Причина может быть в пористости материала, частично имеющей связь с поверхностью (пористость открытого типа), и в существенно более развитой поверхности PSW. В объеме пористого материала присутствуют многочисленные границы раздела сред газ—металл. Выделение водорода из такого материала может включать многостадийные процессы адсорбции и десорбции, тем самым замедляя выделение дейтерия из образца. При более развитой поверхности, с другой стороны, выход водорода из металла может быть более интенсивным при выделенной температуре, чем в случае гладкой поверхности. Эти две причины могут приводить к размытию пиков в ТДС.

В ТДС плазменно-напыленного вольфрама был зарегистрирован выраженный высокотемпературный пик при  $T \sim 950$  К. Этот пик может быть связан с выделением дейтерия, хемосорбированного на стенках полостей, поскольку PSW и PolyW — материалы близкой чистоты (99,98 и 99,95% весовых) и пористость PSW является основным отличием этого материала. Высокотемпературный пик в ТДС PSW очень важен с точки зрения использования этого материала в термоядерном реакторе, поскольку полное удаление трития из PSW потребует нагрева до температуры ~950 К в отличие от поликристаллического вольфрама, для которого прогрев до 650 К признается достаточным. Полученный результат подтверждает данные [9] и противоречит работе [8]. Причиной различия с [8] может быть более аккуратная процедура термодесорбционных измерений, использованная в настоящей работе.

На рис. 3, *б* представлены термодесорбционные спектры PSW, полученные на установке «Высокопоточный ионный источник». С ростом дозы облучения амплитуда сигнала при выделенной температуре растет. Соотношение амплитуд при 450, 650 и 950 К остается постоянным в диапазоне доз облучения данной работы. Таким образом, распределение дейтерия по ловушкам различных типов в материале не зависит от дозы облучения. Это означает, что облучение ионами дейтерия энергией 200 эB/D вплоть до доз ~ $10^{24}$  D/m<sup>2</sup> не создает дефектов в материале, что подтверждается идентичностью ТДС *1* и *3* на рис. 3, *6*. Оба ТДС получены после облучения образца дейтерием до дозы 5· $10^{21}$  D/m<sup>2</sup>, однако спектр *1* получен до, а спектр *3* — после высокодозного облучения образца.

Тем, что облучение низкоэнергетичным дейтерием не создает в материале дефектов, PSW существенно отличается от PolyW, облучение которого дозой ~ $10^{24}$  D/m<sup>2</sup> достаточно не только для создания вакансионных кластеров, но и для появления блистеров [15], тем, что облучение низкоэнергетичным дейтерием не создает в материале дефектов. Так как водород в вольфраме при нормальных условиях практически не растворяется и коэффициент диффузии водорода в нем мал [16], то при ионном облучении скорость оттока водорода из зоны облучения оказывается существенно меньше скорости его поступления. В результате в приповерхностном слое создаются большие концентрации водорода, большая часть которого не может быть растворена или захвачена в имеющихся в материале ловушках в силу их ограниченного количества. В этих условиях происходят искажения кристаллической решетки и накопление водорода в образующихся дефектах — вакансионных кластерах и газонаполненных полостях. Вероятная причина того, что в PSW при дозе облучения до ~ $10^{24}$  D/m<sup>2</sup> новые дефекты не создаются, — изначально существенно более дефектная структура этого материала. Около 9% объема этого материала занимают полости, в объеме которых может накапливаться и на стенках которых может сорбироваться водород.



Рис. 4. Влияние температуры образца PSW во время облучения на захват дейтерия:  $E_0 = 200$  эB/D; доза облучения  $\Phi_0 = 5 \cdot 10^{23}$  D/m<sup>2</sup>; I - RT; 2 - 473 K; 3 - 593 K



Рис. 5. Зависимость накопления дейтерия в вольфрамовых материалах от дозы облучения ионами дейтерия с энергией 200 эВ/D: ■ — PSW; О — PolyW. Линии связывают данные, относящиеся к одному материалу

Влияние температуры на накопление. Влияние температуры образца в процессе облучения на захват дейтерия в PSW иллюстрирует рис. 4, на котором приведены ТДС для различных температур при облучении образцов PSW дозами ~5·10<sup>23</sup> D/м<sup>2</sup> ионов с  $E_0 = 200$  эВ/D. Если температура образца выше температуры определенного пика в ТДС, ловушки соответствующего этому пику типа перестают захватывать дейтерий и данный пик исчезает, что приводит к уменьшению интегрального накопления. Это наглядно иллюстрирует ТДС PSW, облученного при 473 К (см. рис. 4), в котором отсутствует пик при ~450 К. Амплитуды сигналов в диапазоне 473—750 К уменьшены по сравнению с ТДС, полученным при комнатной температуре, поскольку выход дейтерия из соответствующих ловушек облегчен вследствие повышенной температуры образца. Амплитуда же высокотемпературного пика в диапазоне температур облучения 290—593 К не меняется. В термоядерном реакторе рабочая температура ОПМ дивертора будет повышенной. Поэтому при использовании PSW в диверторе захват в ловушки, которые соответствуют высокотемпературному пику, может оказаться определяющим накопление трития в этом материале.

Зависимость накопления от дозы облучения. Дозовая зависимость удержания дейтерия в PSW в сравнении с поликристаллическим вольфрамом представлена на рис. 5. Образцы облучались ионами с энергией 200 эВ/D. Во всем диапазоне доз облучения количество дейтерия, удер-

жанного в PSW, было в 4—5 раз больше, чем в PolyW. Это различие связано со способом производства PSW, приводящим к наличию большего, нежели в PolyW, количества неидеальностей кристаллической структуры этого материала. Кроме того, из-за развитой поверхности PSW коэффициент внедрения в этот материал может оказаться больше, чем в PolyW.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе путем термодесорбционных измерений исследовался захват дейтерия с начальной энергией 200 эВ/D в плазменно-напыленный вольфрам в сравнении с захватом поликристаллическим вольфрамом. В ТДС PSW зарегистрирован высокотемпературный пик при  $T \sim 950$  K, что противоречит работе [8] и подтверждает данные [9]. Причиной наличия этого пика может быть выделение дейтерия, хемосорбированного на стенках полостей в объеме PSW. Наличие высокотемпературного пика в ТДС PSW важно в случае применения этого материала в качестве обращенного к плазме в термоядерных установках, поскольку полное удаление трития из материала потребует или прогрева до более высоких температур, или более длительного прогрева, нежели предполагалось на основании [8]. Кроме того, при рабочих температурах ОПМ дивертора состояние хемосорбции может оказаться определяющим накопление дейтерия в PSW. При нормальных условиях в широком диапазоне доз облучения PSW захватывает в 4—5 раз большее количество дейтерия, чем PolyW. Более высокий коэффициент захвата водорода в PSW должен быть учтен при использовании этого материала в качестве ОПМ. Однако накопление в PSW остается значительно (в 5—7 раз) меньшим, чем в углеродных композитных материалах, которые планируется использовать в качестве ОПМ [17]. Таким образом, PSW остается приемлемым материалом для применения в реакторе управляемого термоядерного синтеза.



Анна Владимировна Голубева, кандидат ф.-м.н., инженер, каф. 21 МИФИ



Матей Майер, доктор, Отдел материаловедения IPP



Иоахим Рот, доктор, Отдел материаловедения IPP



Валерий Александрович Курнаев, доктор ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой 21 МИФИ

Авторы благодарны В.Х. Алимову за интерес к данной работе, Г. Матерну за полировку микроскопа, Т. Дюрбеку за измерения захвата на установке TESS. Один из авторов (А.В. Голубева) благодарен Институту физики плазмы имени Макса Планка за предоставление возможности проведения данного исследования.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Neu R., Asmussen K., Deschka S., Thoma A., Bessenrodt-Weberpals M., Dux R., Engelhardt W., Fuchs J.C., Gaffert J., García-Rosales C. et al. J. Nucl. Mater., 1997, vol. 241—243, p. 678—683.
- 2. Krieger K., Maier H., Neu R. and ASDEX Upgrade Team. J. Nucl. Mater., 1999, vol. 266—269, p. 207—216.
- Krieger K., Roth J., Annen A., Jacob W., Pitcher C.S., Schneider W., Thoma A., Weinlich M. and ASDEX Upgrade Team. J. Nucl. Mater., 1997, vol. 241—243, p. 684—689.
- Ohya K., Tanabe T., Wada M., Ohgo T., Philipps V., Unterberg B., Pospieszczyk A., Schweer B., Huber A., Noda N. Nucl. Instr. Meth. in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 1999, vol. 153, Issues 1—4, p. 354—360.
- 5. Krieger K., Maier H., Neu R., Rohde V., Tabasso A. Fusion Engineering and Design, 2001, vol. 56—57, p. 189—193.
- 6. Deschka S., García-Rosales C., Hohenauer W., Duwe R., Gauthier E., Linke J., Lochter M., Malléner W., Plöchl L., Rödhammer P., Salito A. J. Nucl. Mater., 1996, vol. 233—237, Part 1, p. 645—649.
- 7. Anderl R.A., Pawelko R.J., Hankins M.R., Longhurst G.R. J. Nucl. Mater., 1994, vol. 212–215, p. 1416–1420.
- 8. García-Rosales C., Franzen P., Plank H., Roth J., Gauthier E. J. Nucl. Mater., 1996, vol. 233—237, Part 1, p. 803—808.
- 9. Alimov V.Kh., Scherzer, B.M.U. J. Nucl. Mater., 1996, vol. 240, p. 75-80.
- 10. Eckstein W., Garcia-Rosales C., Roth J., Ottenberger W. Sputtering data. IPP report 9/82, February 1993.
- 11. Koborov N.N., Kuzovlev A.I., Kurnaev V.A., Remisovich V.S., Trifonov N.N. Nucl. Instr. Meth. B, 1997, vol. 129, p. 5-10.
- 12. Causey R., Wilson K., Venhaus T., Wampler W.R. J. Nucl. Mater., 1999, vol. 266–269, p. 467–471.
- 13. Van Veen A., Filius H.A., Vries J.D., Bijkerk K.B., Rozing G.J. J. Nucl. Mater., 1988, vol. 155–157, p. 1117–1117.
- 14. Ogorodnikova O.V., Mayer M., Roth J. J. Nucl. Mater., 200, vol. 290—293, p. 459.
- 15. Alimov V.Kh., Roth J., Mayer M. J. Nucl. Mater., 2005, vol. 337—339, p. 619—623.
- 16. Frauenfelder R. J. Vac. Science and Technology, 1968, vol. 6, № 3, p. 388—392.
- 17. Roth J., Alimov V.Kh., Golubeva A.V., Doerner R.P., Tsitrone E., Brosset Ch. Deuterium retention in carbon fibre composite irradiated with low-energy D ions. J. Nucl. Mater. (in press).

Статья поступила в редакцию 26 декабря 2006 г. Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез, 2007, вып. 2, с. 18—25.