

УДК 541.183.56, 546.26' 21' 11.02.2

## ЗАХВАТ И УДЕРЖАНИЕ КИСЛОРОДА И ДЕЙТЕРИЯ В УГЛЕГРАФИТОВОМ КОМПОЗИТЕ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ В ДЕЙТЕРИЕВОЙ ПЛАЗМЕ С ПРИМЕСЬЮ КИСЛОРОДА

А.А. Айрапетов, Л.Б. Беграмбеков, С.В. Вергазов, А.М. Захаров, А.А. Кузьмин, Я.А. Садовский, П.А. Шигин  
(Московский инженерно-физический институт (государственный университет), Москва, Россия)

Изучался захват кислорода и дейтерия в углеграфитовом композите при облучении дейтериевой плазмой с примесью кислорода. Количества захваченных газов и особенности их десорбции определялись методом термодесорбционной спектроскопии. Исследован захват кислорода и дейтерия в зависимости от энергии облучающих ионов в диапазоне от тепловых до 800 эВ/ат., концентрации кислорода в плазме разряда в диапазоне от 0,5 до 6,5%, дозы облучения, а также от степени развитости рельефа поверхности образца. Показано, что захват дейтерия зависит от концентрации кислорода в плазме, при этом максимальный уровень захвата превышает захват из чисто дейтериевой плазмы примерно в 6 раз и наблюдается при концентрации кислорода в плазме около 2%. Предложено качественное объяснение наблюдаемых явлений.

**Ключевые слова:** дейтерий, кислород, плазма, облучение, термодесорбция.

DEUTERIUM AND OXYGEN TRAPPING AND RETENTION IN CARBON FIBER COMPOSITE IRRADIATED WITH DEUTERIUM-OXYGEN PLASMA. A.A. AYRAPETOV, L.B. BEGRAMBEKOV, S.V. VERGAZOV, A.M. ZAKHAROV, A.A. KUZMIN, Ya.A. SADOVSKIY, P.A. SHIGIN. Trapping of deuterium and oxygen in carbon-fiber composite under irradiation with deuterium plasma with a touch of oxygen is studied. Thermodesorption spectroscopy method was used for measuring the quantities of desorbed gases and peculiarities of their trapping. Dependencies of deuterium and oxygen trapping on incident ion energies from thermal up to 800 eV/at., oxygen concentration in the plasma in the range of 0.5—6.5%, irradiation fluence and the degree of surface relief development are studied. It is shown that deuterium trapping depends on oxygen concentration in the plasma and has a maximum level six times higher than that in the case of pure deuterium plasma irradiation when oxygen concentration in plasma is around 2%. A qualitative explanation of the phenomena observed is proposed.

**Key words:** deuterium, oxygen, plasma, irradiation, thermodesorption.

### ВВЕДЕНИЕ

Кислород является одной из основных и трудно устранимых примесей в современных термоядерных установках. В токамаках, использующих углеродсодержащие тайлы первой стенки и дивертора, его концентрация в плазме обычно составляет несколько процентов. Взаимодействие кислорода со стенкой приводит к её интенсивному разрушению и загрязнению плазмы. Внедряясь в графитовые тайлы, кислород накапливается в них в больших количествах. Удаление его из тайлов является важной задачей, однако её реализация затрудняется тем, что до сих пор практически не выделены основные параметры и закономерности захвата и удержания кислорода в графите при плазменном облучении.

В работе проведены исследования захвата кислорода при облучении образцов из СFC в плазме дейтериевого разряда с примесью кислорода. Изучались зависимости захвата кислорода и дейтерия от энергии облучающих ионов, дозы облучения, концентрации кислорода в рабочем газе и степени развитости рельефа поверхности образца.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Эксперименты проводились на установке термодесорбционного (ТДС) анализа. Установка позволяет производить облучение образцов в плазме и измерять количество захваченного газа методом термодесорбционной спектроскопии.

Основными частями установки являются плазменная камера (2) и закрепленный на ней масс-спектрометр (10) (рис. 1). Для проведения ТДС-анализа исследуемый образец (1) помещается в плазменную камеру (2). После установки образца объем вакуумной камеры (3) откачи-

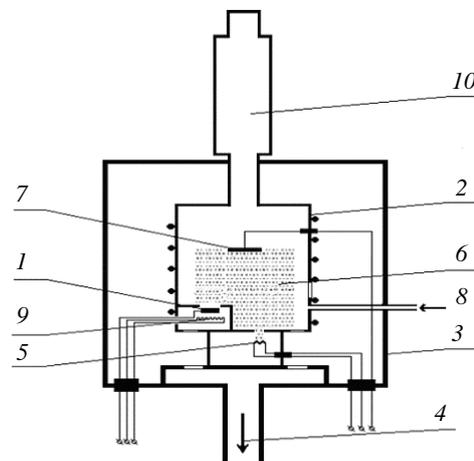


Рис. 1. Схема установки для ТДС-анализа: 1 — образец; 2 — плазменная камера; 3 — вакуумная камера; 4 — откачка; 5 — катод; 6 — плазма; 7 — анод; 8 — подача газа; 9 — нагреватель образца; 10 — масс-спектрометр

вается через трубопровод откачки (4). Предельное остаточное давление в камере составляет  $2 \cdot 10^{-6}$  торр. В данном стенде возможно зажигание несамостоятельного газового разряда (6) между накальным катодом (5) и анодом (7). Подача рабочего газа производится через трубку (8). Для облучения образца ионами или электронами плазмы (6) на образец подается соответствующий потенциал относительно неё. Термодесорбция захваченных газов из образца производится с помощью нагревателя (9). Поток термодесорбции регистрируется масс-спектрометром (10). Температура образца регистрируется W—Re-термопарой, образец может прогреваться до 1600 К. Скорость роста температуры поддерживалась равной 3 К/с.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ АНАЛИЗ

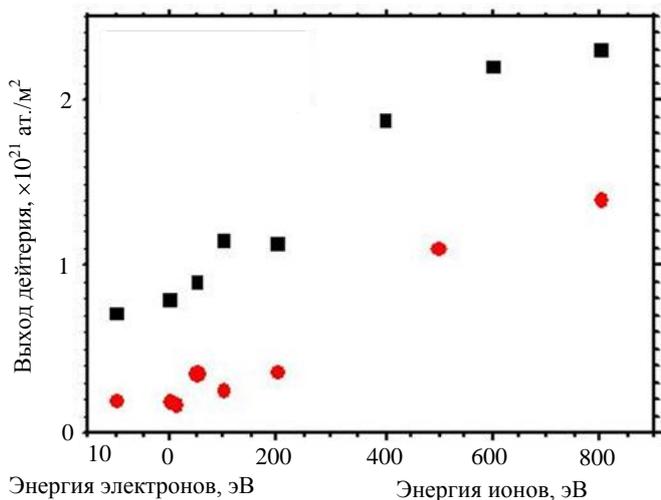


Рис. 2. Зависимость выхода дейтерия от энергии облучающих частиц: ■ — D<sub>2</sub> + 4,3% O<sub>2</sub>; ● — D<sub>2</sub>

Эксперименты по изучению зависимости захвата кислорода и дейтерия от энергии облучающих частиц проводились при концентрации кислорода в плазме  $N_{O_2} = 4,3\%$ , доза облучения составляла  $\Phi = 5 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>. Зависимость количества вышедшего дейтерия от энергии облучающих ионов дейтерия и кислорода для случаев облучения в дейтериевой плазме и дейтериево-кислородной плазме представлена на рис. 2. Видно, что во всём исследованном диапазоне энергий захват дейтерия увеличивается в несколько раз по сравнению с облучением в чисто дейтериевой плазме. Следует подчеркнуть, что в обоих случаях ненулевой захват дейтерия наблюдается и при облучении под плавающим потенциалом, и при облучении электронами. Такой захват могут

обеспечить только молекулы дейтерия из сорбированного на поверхности слоя, а стимулируется он энергией неупругих столкновений атомов (или электронов) с поверхностью [1]. Так как форма термодесорбционных спектров дейтерия не изменяется в зависимости от наличия кислорода в плазме (рис. 3), был сделан вывод о том, что сопутствующее облучение ионами кислорода не вызывает появление нового механизма захвата дейтерия, а ускоряет процесс диссоциации молекул дейтерия на поверхности и их захват в толщу материала.

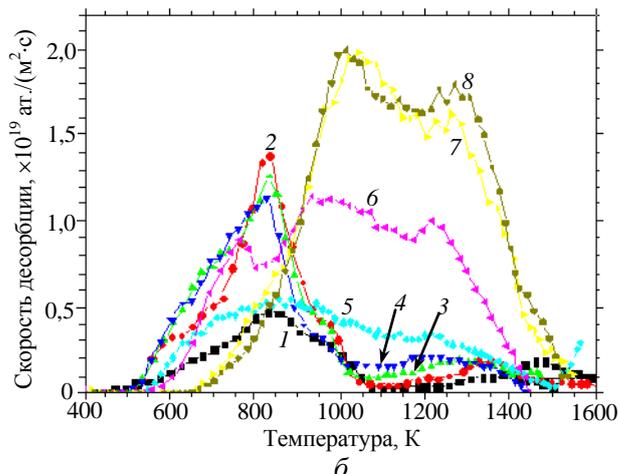
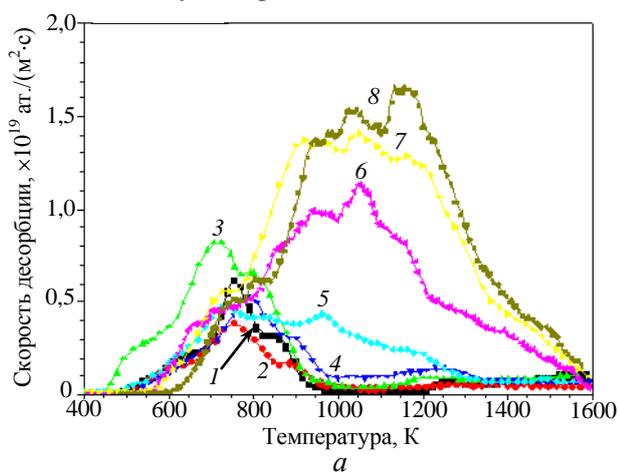


Рис. 3. Сравнение ТДС-спектров дейтерия для случаев облучения в дейтериевой плазме (а) и в дейтериево-кислородной плазме (б): 1 — облучение электронами, 20 эВ; 2 — облучение под плавающим потенциалом; 3 — 50; 4 — 100; 5 — 200; 6 — 500; 7 — 800; 8 — 1000 эВ/ат.

Если предположить, что весь вышедший кислород был захвачен в слое внедрения, то его концентрация окажется больше 100% а.е. В то же время в экспериментах по внедрению 3 кэВ ионов кислорода в графит концентрация насыщения кислорода составила 20—30% а.е. [2]. Поэтому можно предполо-

жить, что в наших экспериментах сопутствующее облучение дейтерием способствует диффузии атомов кислорода в толщу образца и, соответственно, увеличению захвата кислорода.

Эксперименты по выяснению зависимости захвата кислорода и дейтерия от концентрации кислорода в плазме проводились при энергии облучения 50 эВ/ат., доза облучения составляла  $5 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>. Концентрация кислорода в плазме варьировалась и составляла от 0,5 до 6,5% в разных экспериментах. Зависимость выхода дейтерия и СО от концентрации кислорода в плазме представлена на рис. 4. Для сравнения пунктирной линией обозначен уровень выхода дейтерия в случае облучения образца в дейтериевой плазме при таких же параметрах облучения. Видно, что при концентрации кислорода в районе 2% выход дейтерия существенно увеличивается (до 6 раз) в сравнении с облучением только дейтерием. При концентрации кислорода 5,5% (обозначена пунктирной линией) выход дейтерия такой же, как и без кислорода, а при концентрации 6,5% выход уже в 1,5 раза меньше.

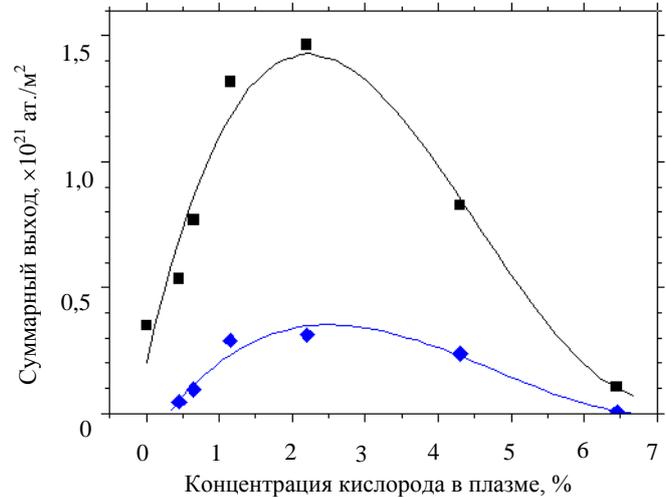


Рис. 4. Зависимость выхода дейтерия и СО от концентрации кислорода в плазме: ■ — D<sub>2</sub>; ◆ — СО

Такая форма зависимости является результатом совместного действия двух процессов. Как было показано ранее, присутствие кислорода ускоряет захват дейтерия из сорбированного на поверхности слоя в толщу материала. Однако кислород сорбируется на поверхности активнее дейтерия, и по мере увеличения концентрации кислорода занимает всё большую часть поверхности. В таком случае затрудняется сорбция молекул дейтерия и, соответственно, их дальнейшая диссоциация и захват.

Эксперименты по выяснению зависимости захвата кислорода и дейтерия от потока ионов и дозы облучения проводились при концентрации кислорода в плазме  $N_{O_2} = 4,3\%$ , доза достигала  $\Phi = 7,5 \cdot 10^{23}$  D/м<sup>2</sup>. Было проведено две серии экспериментов при энергии облучающих ионов 100 и 400 эВ/ат. Также для всех исследованных доз использовались два значения потока частиц:  $1 \cdot 10^{20}$  и  $2 \cdot 10^{19}$  ат./(м<sup>2</sup>·с). Результаты экспериментов представлены на рис. 5. Для сравнения на график нанесены точки для случая облучения в дейтериевой плазме. Видно, что все зависимости имеют схожий характер — рост и выход на насыщение при дозе от  $2 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>. При совместном облучении с кислородом уровень насыщения находится выше в случае облучения большими потоками. Это проявляется только при совместном облучении с кислородом. При облучении чистой дейтериевой плазмой наблюдается противоположная зависимость, когда при большом потоке облучения уровень насыщения понижается.

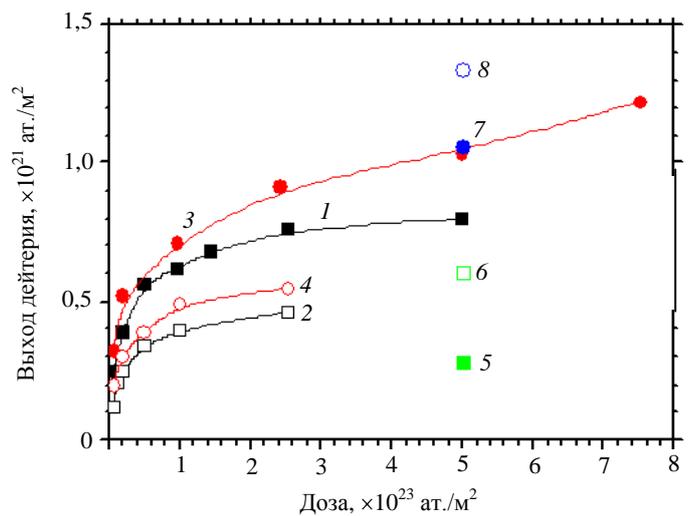


Рис. 5. Зависимость выхода дейтерия от дозы облучения при разных потоках и энергиях облучающих частиц: плазма D<sub>2</sub> + 4,3%O<sub>2</sub>: 1 —  $1 \cdot 10^{20}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 100 эВ; 2 —  $2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 100 эВ; 3 —  $1 \cdot 10^{20}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 400 эВ; 4 —  $2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 400 эВ; плазма D<sub>2</sub>: 5 —  $1 \cdot 10^{20}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 100 эВ; 6 —  $2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 100 эВ; 7 —  $1 \cdot 10^{20}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 500 эВ; 8 —  $2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>, 500 эВ

На рис. 6 представлены зависимости выхода СО от дозы облучения. В случае малых потоков облучения кислородно-дейтериевой плазмой наблюдается слабый рост захвата кислорода, схожий с аналогичной зависимостью для дейтерия. Однако в случае больших потоков облучения рост захвата кислорода продолжается для всех исследованных значений доз облучения. В таком случае концентрация кислорода в образце растёт, и она достигает 40% а.е. в случае максимальной дозы  $5 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>. Можно предположить, что и эта зависимость выходит на насыщение, однако в проведённых экспериментах это не было достигнуто.

Следует отметить, что с ростом дозы на термодесорбционном пике СО растёт высоко-температурное плечо в области 1350 К, которое, вероятно, соответствует появлению нового механизма захвата кислорода при облучении интенсивным потоком высокоэнергетичных частиц.

Эксперименты по выяснению зависимости захвата кислорода и дейтерия от степени развитости рельефа проводились при концентрации кислорода в плазме 4,3%, энергия облучающих ионов составляла 100 эВ. Доза облучения была  $5 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>. В качестве образца использовался полированный пиролитический графит. Развитие рельефа достигалось путём предварительного облучения образца ионами аргона с энергией 100 эВ. Степень развитости рельефа оценивалась по дозе предварительного облучения ионами аргона. Зависимость выхода дейтерия и СО от дозы предварительного облучения аргоном представлена на рис. 7. Видно, что по мере увеличения дозы предварительного облучения десорбция дейтерия увеличивается, а выход СО уменьшается. Формы термодесорбционных спектров дейтерия и кислорода не меняются, т.е. механизм захвата во всех случаях остается тем же. Можно предположить, что вероятность прохождения кислорода в глубокие слои материала уменьшается по мере разрушения поверхности бомбардировкой ионами аргона. В то же время захват дейтерия происходит в приповерхностный слой, а площадь поверхности растёт с развитием рельефа.

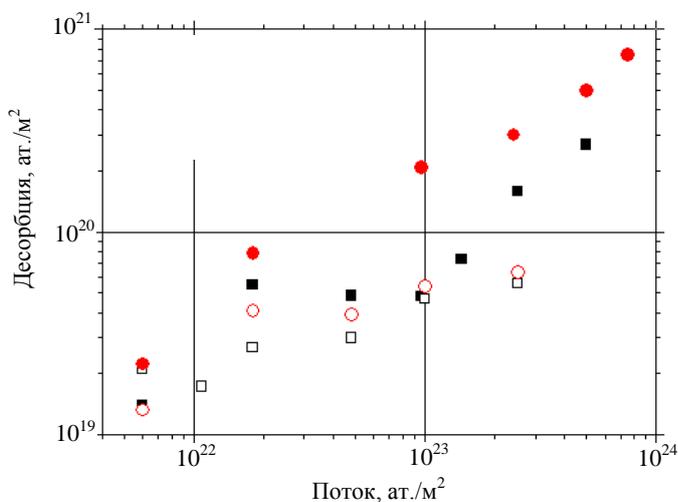


Рис. 6. Зависимость выхода СО от дозы облучения при разных потоках и энергиях облучающих частиц: ■ —  $1 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ , 100 эВ; □ —  $2 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ , 100 эВ; ● —  $1 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ , 400 эВ; ○ —  $2 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ , 400 эВ

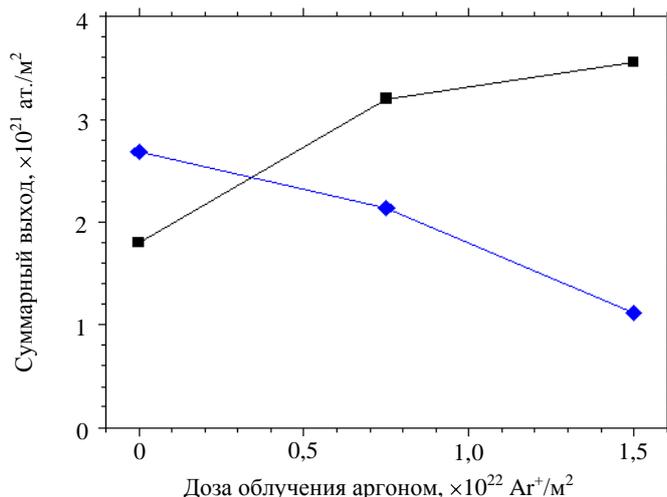


Рис. 7. Зависимость выхода дейтерия и СО от дозы предварительного облучения ионами аргона: ■ — D<sub>2</sub>; ◆ — СО

## ВЫВОДЫ

Показано, что захват дейтерия зависит от соотношения компонентов в облучающем потоке. Захват дейтерия увеличивается в 6 раз при концентрации кислорода в плазме 2%, не изменяется при концентрации около 5,5% и падает в 1,5 раза при концентрации 6,5%.

Сделан вывод о том, что при небольших концентрациях кислорода в плазме (до ~2%) сорбированный на поверхности кислород производит активирующее воздействие на поверхность и ускоряет захват дейтерия из сорбированного на поверхности слоя. В свою очередь внедрённый дейтерий облегчает проникновение кислорода в глубь CFC и увеличивает его захват по сравнению со случаем облучения пучком ионов кислорода.

При больших концентрациях кислорода в плазме, по-видимому, слой сорбированных молекул кислорода на поверхности затрудняет сорбцию дейтерия и, соответственно, уменьшается его захват и, как следствие, захват кислорода.

Зависимости захвата дейтерия от дозы облучения в случаях облучения с примесью кислорода и без неё схожи, однако в случае с кислородом уровень насыщения находится выше.

Развитие рельефа приводит к уменьшению захвата кислорода и в то же время к увеличению захвата дейтерия.



Алексей Александрович Айрапетов, аспирант

Леон Богданович Беграмбеков, д.ф.-м.н., профессор

Сергей Викторович Вергазов, м.н.с.

Андрей Михайлович Захаров, старший преподаватель



Арсений Александрович Кузьмин, аспирант  
arskus@mail.ru

Ярослав Алексеевич Садовский, аспирант, награждён многими дипломами за научные работы  
yaroslav@plasma.mephi.ru

Павел Анатольевич Шигин, инженер

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ayrapetov A., Begrambekov L., Brosset C., Gunn J.P., Grisolia C., Kuzmin A., Loarer T., Lipa M., Monier-Garbet P., Shigin P., Tsitron E., Zakharov A. Deuterium trapping in CFC under high fluence. *Plasma-Surface Interaction*, 2008.
2. Refke A., Phillips V., Vietzke E. — *J. Nucl. Mater.*, 1997, vol. 250, p. 13—22.

Статья поступила в редакцию 13 апреля 2009 г.  
Вопросы атомной науки и техники.  
Сер. Термоядерный синтез, 2009, вып. 3, с. 25—29.