## УДК 533.924:546.78

# ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ВОЛЬФРАМА И НАКОПЛЕНИЕ ДЕЙТЕРИЯ ПРИ ИМПУЛЬСНЫХ ПЛАЗМЕННЫХ НАГРУЗКАХ

А.Г. Поскакалов<sup>1, 2</sup>, Н.С. Климов<sup>1, 2</sup>, Ю.М. Гаспарян<sup>1</sup>, О.В. Огородникова<sup>1</sup>, В.С. Ефимов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия <sup>2</sup>АО «ГНЦ РФ ТРИНИТИ», Троицк, Москва, Россия

В работе представлены результаты исследования изменения внутренней структуры и поверхности, а также анализ накопления захваченного газа в поверхностный слой вольфрамовых мишеней в экспериментах по облучению дейтериевой плазмой на квазистационарном плазменном ускорителе с собственным магнитным полем КСПУ-Т, который воспроизводит условия (плазменная тепловая нагрузка 0,2—5 МДж/м<sup>2</sup>, длительность импульса 0,1—1,2 мс), характерные по плотности энергии и длительности ЭЛМ-событиям в ИТЭР. С использованием сканирующего электронного микроскопа были изучены изменения поверхности и внутренней структуры образцов после облучения дейтериевой плазмой. Проведено сравнение наблюдаемых изменений приповерхностного слоя с расчётными данными по изменению внутренней структуры вольфрама при интенсивном тепловом воздействии, полученными в результате решения численными методами задачи о теплопроводности. Данные термодесорбционного анализа показали, что для образцов вольфрама, плавление которых имело место во время облучения, количество дейтерия, выходящего с единицы поверхности вольфрама в результате термодесорбции, находится на уровне (3—4)10<sup>16</sup> частиц/см<sup>2</sup> и на порядок превосходит соответствующие значения, полученные для образцов, на которых следы плавления отсутствовали.

**Ключевые слова:** вольфрам, структура приповерхностного слоя, накопление дейтерия, воздействие импульсных плазменных нагрузок, квазистационарный плазменный ускоритель КСПУ-Т, термодесорбционный анализ.

## SURFACE STRUCTURE MODIFICATION AND DEUTERIUM RETENTION IN TUNGSTEN UNDER PULSE PLASMA LOADS

A.G. Poskakalov<sup>1, 2</sup>, N.S. Klimov<sup>1, 2</sup>, Yu.M. Gasparyan<sup>1</sup>, O.V. Ogorodnikova<sup>1</sup>, V.S. Efimov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia <sup>2</sup>JSC «SRC RF TRINITI», Troitsk, Moscow, Russia

Modification of the surface layer and deuterium accumulation in tungsten targets under plasma irradiation in a quasi-stationary plasma accelerator with an intrinsic magnetic field QSPA-T, which reproduces the conditions (plasma heat load of 0.2-5 MJ/m<sup>2</sup>, pulse duration of 0.1-1.2 ms) typical for ELM events in ITER. Using the scanning electron microscope, structure modifications at the surface and in the bulk after deuterium plasma irradiation have been analyzed. The observed changes in the near-surface layer are compared with the calculated data on the change in the internal structure of tungsten under intense thermal action, obtained as a result of the numerical solution of the heat conduction problem. The total deuterium retention in the samples was measured using thermal desorption spectroscopy, and it was in the range of  $(3-4)10^{16}$  particles/cm<sup>2</sup> for the samples melted during plasma exposure. These numbers exceed by an order of magnitude the values obtained for samples without traces of melting.

**Key words:** tungsten, surface structure, deuterium retention, pulsed plasma loads impact, quasi-stationary plasma accelerator QSPA-T, thermal desorption spectroscopy.

DOI: 10.21517/0202-3822-2018-41-1-23-28

#### введение

Строительство ИТЭР является очередным шагом к получению термоядерной энергии в промышленных масштабах. Важнейшей конструкторско-материаловедческой задачей является выбор обращённых к плазме материалов, которые должны противостоять как стационарному плазменно-тепловому воздействию плотностью мощности до 20 МВт/м<sup>2</sup>, так и интенсивному импульсному длительностью 0,1—10 мс и плотностью мощности 1—10 ГВт/м<sup>2</sup> [1].

В Международном термоядерном реакторе ИТЭР в качестве обращённых к плазме материалов будут использоваться вольфрам (W) и бериллий (Be). Из вольфрама будет изготовлено защитное покрытие диверторных пластин, а из бериллия — поверхность первой стенки. Наиболее значительные повреждения защитных покрытий ожидаются во время переходных плазменных процессов, таких как ЭЛМсобытия, тепловая стадия срыва, ослабленный срыв. Тепловые нагрузки на пластины дивертора в токамаке масштаба ИТЭР в стационарной стадии DT-разряда будут достигать ~20 МВт/м<sup>2</sup>, приводя к повышению температуры пластин в среднем до 1400 К, в срывах и ЭЛМах импульсные кратковременные нагрузки на диверторные пластины будут достигать величины 0,6—3,5 ГВт/м<sup>2</sup>, что будет вызывать периодическое повышение температуры материала до температуры, сопоставимой с температурой плавления материала [2]. Импульсные тепловые нагрузки, ожидаемые во время этих событий, не достижимы на действующих токамаках. По этой причине другие физические установки, такие как лазерные источники, источники на основе ионных и электронных пучков, а также мощные плазменные ускорители, применяются для исследования эрозии обращённых к плазме материалов и испытания защитных покрытий токамака ИТЭР.

Согласно проведённым ранее исследованиям на плазменном ускорителе КСПУ-Т (ГНЦ РФ ТРИНИТИ, Россия) [3] и установке на основе электронного пучка JUDITH (Forschungszentrum Jülich, Германия) [4] установлено, что формирование трещин на поверхности вольфрама является основным механизмом разрушения вольфрама при импульсных тепловых нагрузках, лежащих ниже порога плавления его поверхности. При превышении порога плавления существенный вклад в общую эрозию вносят движение расплавленного слоя и выброс капель [5].

Основное внимание в проведённых ранее исследованиях было сосредоточено на макроскопической картине разрушения вольфрама и измерении интегральных характеристик его эрозии. Накопление дейтерия в металлах, в частности, в вольфраме, при импульсных тепловых нагрузках, характерных переходным процессам в диверторе ИТЭР, ранее не подвергалось детальному изучению, так как полагалось, что захват газа в данных условиях будет незначителен по сравнению со стационарным воздействием. Однако в исследованиях [6], выполненных на лазерном источнике PSI-2 (Forschungszentrum Jülich, Германия), наблюдается накопление дейтерия в поверхностном слое вольфрама при нагрузках, ожидаемых во время переходных процессов в диверторе ИТЭР. Таким образом, работы по изучению захвата дейтерия в вольфрам в условиях, характерных по плотности энергии и длительности ЭЛМ-событиям в ИТЭР, являются актуальными. Стоит также отметить, что захват газа в поверхностном слое может влиять как на теплофизические и гидродинамические, так и на механические свойства вольфрама, а это, в свою очередь, повлиять как на процессы хрупкого разрушения, так и на движение расплавленного слоя.

В настоящей работе проводилось облучение вольфрама потоком дейтериевой плазмы длительностью 0,8 мс и тепловой нагрузкой 0,2—2,5 МДж/м<sup>2</sup> с целью исследовать закономерности изменения кристаллической структуры поверхностного слоя вольфрама под действием плазменного облучения и исследовать закономерности захвата газа приповерхностным слоем вольфрама во время облучения импульсным потоком плазмы.

## ЭКСПЕРИМЕНТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В рамках представленной работы использовался прокатный вольфрам марки В-МП, который изготовлен из вольфрамового порошка, восстановленного водородом из оксида вольфрама, имеет плотность 19,25 г/см<sup>3</sup> и твёрдость HRC 44 [7]. Используемый в данном эксперименте образец был вырезан из листа лазером и имел размер 100×15×2 мм.

Облучение импульсным потоком дейтериевой плазмы происходило на квазистационарном плазменном ускорителе с собственным магнитным полем КСПУ-Т (ГНЦ РФ ТРИНИТИ, Россия) [8, 9]. Образец



Рис. 1. Схема облучения плазменным потоком вольфрамового образца, закреплённого на мишени в установке КСПУ-Т

прикреплялся к изготовленной из вольфрама мишени, помещавшейся в вакуумную камеру. Камера откачивалась до давления 10<sup>-5</sup> мм рт. ст. В ходе эксперимента поток плазмы воздействовал непосредственно на образец, как показано на схеме эксперимента, изображённой на рис. 1.

Облучение происходило плазменным потоком длительностью 0,8 мс и тепловой нагрузкой на оси 2,5 МДж/м<sup>2</sup>. При движении от оси пучка тепловая нагрузка, измеренная с помощью твердотельного калориметра [8], спадает в диапазоне 0,2—2,5 МДж/м<sup>2</sup>. Таким образом, в эксперименте удалось получить спектр тепловой нагрузки, распределённой вдоль одного образца (рис. 2). Данные значения тепловой нагрузки *Q* соответ-

ствуют отношению 
$$2/\sqrt{t} = 6,3$$
—79 МДж/(м<sup>2</sup>·c<sup>0,5</sup>).

Нижняя граница данного диапазона лежит ниже порога плавления вольфрама (~45 МДж/(м<sup>2</sup>·c<sup>0,5</sup>), верхняя — превышает её, но находится ниже расчётного порога сублимации (~90 МДж/(м<sup>2</sup>·c<sup>0,5</sup>).

После облучения образец вынимался из вакуумной камеры. Для удобства проведения дальнейших исследований было принято решение разделить образец на части. Чтобы избежать дополнительного воздействия теплом или излучением, происходящим при резке диском или лазером, образец был механически расколот. Благодаря хруп-



Рис. 2. Распределение тепловой нагрузки вдоль поверхности и внешний вид образца после импульсного воздействия D-плазмой: длительность импульса 0,8 мс, тепловая нагрузка на оси пучка 2,5 МДж/м<sup>2</sup>

кости вольфрама эта процедура не вызвала трудностей. Скол проходил по поверхности зёрен, поверхность образцов не повреждалась. В результате этого были получены части площадью поверхности около 1 см<sup>2</sup>, которые соответствовали областям с различным значением тепловой нагрузки. Исследовались шесть из них, подверженные тепловому воздействию величиной 0,3, 0,9, 1,3, 1,8, 2,3, 2,4 МДж/м<sup>2</sup>.

После облучения с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega II исследовались обращённая к плазме поверхность и внутренняя структура скола образцов. Методами термодесорбционного анализа проводилось исследование захваченного вольфрамом во время облучения дейтерия на установке ТДС-стенд (НИЯУ МИФИ,) (подробное описание в [9]). В процессе исследования образцы нагревались от комнатной температуры до 2200 К со скоростью 2 К/с. Измерение потоков десорбции проводилось с помощью квадрупольного масс-спектрометра.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

**Исследование внутренней структуры.** В результате исследования поперечных сколов образца установлено, что при тепловых нагрузках, превышающих порог плавления, кристаллическая структура вблизи облучаемой поверхности образца вольфрама претерпевает существенные изменения уже после первого импульса. Толщина модифицированной области растёт с ростом тепловой нагрузки и достигает максимального значения в исследованном диапазоне плотности энергии 120 мкм (рис. 3, *a*). Необходимо отметить, что данное значение вдвое превышает расчётную толщину расплавленного слоя, таким образом, рекристаллизация наблюдается не только при превышении точки плавления, но и при более низких температурах. Однако образующаяся кристаллическая структура различается в первом и втором случае,



Рис. 3. Слой игольчатых кристаллов длиной до 4 мкм, толщиной 0,4—0,6 мкм (*a*); слои столбчатых (длина до 50—60 мкм, толщина до 5—20 мкм в области максимальной нагрузки) и равноосных кристаллов (поперечные размеры в диапазоне 5—20 мкм) с распределением максимальной температуры по глубине (б)

ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2018, т. 41, вып. 1

что проявляется в формировании нескольких слоёв. Оценка динамики температуры проводилась с помощью численного решения уравнения теплопроводности при заданном начальном распределении температуры в материале и тепловом потоке на поверхность [8]. Благодаря этому были получены распределения температуры в течение времени воздействия на вольфрам и его остывания (0—2 мс) при различных значениях теплового потока (см. рис. 3,  $\delta$ ). Согласно расчётам установлено, что при длительности импульса 0,8 мс плавление поверхности вольфрама имеет место при тепловых нагрузках, превышающих значение плотности энергии 1,4 МДж/м<sup>2</sup>, что хорошо согласуется с экспериментом.

Самый верхний слой состоит из одного ряда игольчатых кристаллов, ориентированных перпендикулярно облучаемой поверхности. Толщина кристаллов 0,4—0,6 мкм, длина, совпадающая с толщиной слоя, не превышает 4 мкм. Наблюдаемая структура слоя типична для случая быстрой направленной кристаллизации. Этим можно объяснить то, что структура наблюдается непосредственно вблизи поверхности, где скорость кристаллизации достигает максимальных значений. Формирование подобного слоя наблюдается не всегда. В частности, оно может не иметь место на тех участках, где присутствует интенсивное движение расплава, что может быть связано с увеличением времени жизни расплава и соответственно уменьшением скорости кристаллизации.

Второй слой наблюдается всегда, когда есть плавление поверхности вольфрама. Его нижняя (наиболее удалённая от облучаемой поверхности) граница достаточно резкая и совпадает с расчётной границей расплавленного слоя (в момент его максимальной толщины). Слой состоит из столбчатых кристаллов, ориентированных перпендикулярно облучаемой поверхности. Характерная длина кристаллов сравнима с толщиной расплавленного слоя, она растёт с ростом плотности энергии и в области максимальной тепловой нагрузки (2,5 МДж/м<sup>2</sup>) достигает значения 50—60 мкм, ширина варьируется в диапазоне 5—20 мкм.

Третий, самый нижний слой имеет размытую нижнюю, наиболее удалённую от облучаемой поверхности границу и представляет собой переходную область от слоя столбчатых кристаллов к неизменённой структуре в глубине материала. Этот слой имеет толщину, сопоставимую с толщиной предыдущего (расплавленного) слоя, и состоит из равноосных кристаллов с характерным размером в диапазоне 5— 20 мкм. Размер кристаллов уменьшается как с глубиной, так и с уменьшением тепловой нагрузки. Соответственно можно сделать вывод, что размер кристаллов уменьшается с падением максимальной температуры в области их формирования.

Сопоставление экспериментальных данных с данными численного решения уравнения теплопроводности при параметрах, соответствующих условиям облучения, позволяет установить температурные границы для второго и третьего слоя. Как отмечено, нижняя граница второго слоя (слоя столбчатых кристаллов) совпадает с расчётной границей расплава, т.е. соответствующей температуре плавления вольфрама, равной 3683 К. Третий слой (слой разносных кристаллов) сверху ограничен соответственно температурой плавления, а положение его нижней границы размыто и соответствует температуре ~2700 К.

При тепловых нагрузках, не превышающих порог плавления вольфрама, наблюдается лишь слой равноосных кристаллов, не превышающий 30 мкм. Это ещё раз доказывает, что граница плавления материала проходит на стыке столбчатых и равноосных кристаллов.

**Исследование захвата дейтерия.** Согласно данным термодесорбционного анализа установлено, что, не смотря на большую температуру поверхности, имеет место захват дейтерия в образец. На рис. 4, *а* представ-



Рис. 4. Спектры термодесорбции дейтерия различных областей облучённого образца: длительность импульса 0,8 мс, плотность энергии 0,3 (1), 0,9 (2), 1,3 МДж/м<sup>2</sup> (3) (*a*); длительность 0,8 мс, плотность энергии 1,8 (4), 2,3 (5), 2,4 МДж/м<sup>2</sup> (6) (б)

лены спектры термодесорбции участков, соответствующие тепловой нагрузке 0,3, 0,9, 1,3 МДж/м<sup>2</sup>, на рис. 4, *б* — 1,8, 2,3, 2,4 МДж/м<sup>2</sup>. При тепловой нагрузке ниже 1,4 МДж/м<sup>2</sup> десорбция дейтерия происходит преимущественно в диапазоне температуры 700—800 К, спектры имеют довольно много шумов из-за слабого сигнала. При тепловой нагрузке, превышающей порог плавления материала, равный 1,4 МДж/м<sup>2</sup>, термодесорбция дейтерия происходит при температуре от 800 до 1200 К. Спектры представляют собой узкие пики. Наблюдаемая в данной работе десорбция при высоких температурах обусловлена, вероятно, большой глубиной проникновения дейтерия в поверхность вольфрама при облучении тепловым потоком, превышающим порог плавления материала.

Для образцов вольфрама, у которых происходило плавление поверхности во время облучения, количество дейтерия, выходящего с единицы поверхности в результате термодесорбции, находится на уровне  $(3-4)10^{16}$  частиц/см<sup>2</sup> и на порядок превосходит соответствующее значение, полученное для образцов, на которых следы плавления отсутствовали, ~1.10<sup>15</sup> частиц/см<sup>2</sup> (рис. 5).

Захват дейтерия при столь высоких температурах поверхности обусловлен, по всей видимости, наличием высокого градиента температуры, направленного при облучении вглубь материала. Так, согласно проведённому численному решению уравнения теплопроводности с заданными начальным распределением температуры в материале и тепловым потоком на поверхность при тепловой



Рис. 5. Зависимость числа десорбированных частиц с единицы поверхности *N* (■) под тепловой нагрузкой (граница плавления вольфрама при импульсе длительностью 0,8 мс, 1,4 МДж/м<sup>2</sup>)

нагрузке 2,0 МДж/м<sup>2</sup> и длительности импульса 0,8 мс на момент окончания плазменного воздействия поверхность вольфрама плавится и достигает температуры 3680 К, на глубине 250 мкм температура едва превышает 1000 К, на глубине 500 мкм — лишь 400 К. При этом можно ожидать, что накопление дейтерия локализуется в конце модифицированного слоя в областях с малой температурой, достаточной для удержания дейтерия. Это предположение согласуется с высокой температурой пиков термодесорбции и их очень малой шириной (см. рис. 4), что характерно для небольшой ширины области накопления на большой глубине.

Для оценки глубины проникновения дейтерия было проведено дополнительное исследование образца, взятого из области, которая во время облучения была подвержена тепловой нагрузке 2,0 МДж/м<sup>2</sup>. С данного осколка был удалён поверхностный слой толщиной ~300 мкм. В ходе термодесорбционного анализа дейтерия в оставшейся части образца обнаружено не было.

Выводы о механизмах существенного увеличения накопления дейтерия при превышении порога плавления не могут быть сделаны на основе полученных в настоящее время результатов и требуют дальнейших исследований. Однако можно предположить, что жидкая фаза способствует существенному ускорению транспорта дейтерия вглубь образца.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках данной работы было выполнено исследование влияния импульсного воздействия дейтериевой плазмы на приповерхностный слой вольфрама при облучении в режимах, приближенных к условиям, ожидаемым в диверторе ИТЭР. В эксперименте по облучению вольфрамовой пластины распределение плотности энергии в диапазоне 0,2—2,5 МДж/м<sup>2</sup> вдоль всей поверхности образца, благодаря чему удалось наблюдать две области: с тепловой нагрузкой ниже плавления материала; с тепловой нагрузкой выше плавления материала (граница соответствует 1,4 МДж/м<sup>2</sup>).

В результате исследования с помощью электронной микроскопии поперечных сколов установлено, что при тепловых нагрузках, превышающих порог плавления, кристаллическая структура вблизи облучаемой поверхности образца вольфрама претерпевает существенные изменения уже после первого импульса. Толщина модифицированного слоя растёт с ростом тепловой нагрузки и достигает максимального значения в исследованном диапазоне плотности энергии около 100 мкм. При нагрузке ниже температуры плавления наблюдается слой равноосных кристаллов, которые свидетельствуют о том, что произошла рекристаллизация приповерхностного слоя даже в отсутствие плавления материала.

Термодесорбционный анализ показал, что десорбция дейтерия из расплавленной области находится на уровне  $(3-4)10^{16}$  частиц/см<sup>2</sup> и на порядок выше, чем в нерасплавленной области ~ $1\cdot10^{15}$  частиц/см<sup>2</sup>.

Дальнейшая работа в рамках этой темы будет посвящена изучению влияния исходной структуры материала на рекристаллизацию, изучению поведения материала при большем числе импульсов, получению данных о захвате гелия в поверхностный слой вольфрама при нагрузках, характерных для ELM-событий в ИТЭР.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 16-12-10332).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Loarte A. et al. Progress on the application of ELM control schemes to ITER scenarios from the non-active phase to DT operation. Nucl. Fusion, 2014, vol. 54, p. 033007.
- 2. Loarte A. et al. Transient heat loads in current fusion experiments, extrapolation to ITER and consequences for its operation. Physica Scripta, 2007, vol. 128, p. 222—228.
- 3. Budaev V.P. et al. Tungsten recrystallization and cracking under ITER-relevant heat loads. J. of Nuclear Materials, 2015, vol. 463, p. 237—240.
- 4. **Pintsuk G.** Characterization of ITER tungsten qualification mock-ups exposed to high cyclic thermal loads. Fusion Engineering and Design, 2015, vol. 98—99, p. 1384—1388.
- Zhitlukhin A.Z., Klimov N. et al. Effects of ELMs on ITER divertor armour materials. J. of Nuclear Materials, 2007, vol. 363— 365, p. 301—307.
- 6. Huber A. et al. Impact on the deuterium retention of simultaneous exposure of tungsten to a steady state plasma and transient heat cycling loads. Physica Scripta, 2016, T167.
- 7. http://www.polema.net/.
- 8. Климов Н.С. Макроскопическая эрозия материалов при их облучении интенсивными потоками плазмы. Диссертация на соискание учёной степени канд. физ.-мат. наук. Троицк. 2011. 209 с.
- 9. Русинов А.А., Гаспарян Ю.М., Перелыгин С.Ф., Писарев А.А., Степанов С.О., Трифонов Н.Н. Стенд для термодесорбционных измерений. — Приборы и техника эксперимента, 2009, № 6, с. 116—121. (Rusinov A.A., Gasparyan Yu.M., Perelygin S.F., Pisarev A.A., Stepanov S.O., Trifonov N.N. A setup for thermodesorption measurements. — Instruments and Experimental Techniques, 2009, p. 52—71).



Александр Геннадьевич Поскакалов, аспирант; Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409 Москва, Каширское ш. 31, Россия; инженер; АО «ГНЦ РФ ТРИНИ-ТИ», 142190 Троицк, Москва, ул. Пушковых вл. 12, Россия ароskakalov@gmail.com

Юрий Микаэлович Гаспарян, доцент, к.ф.-м.н.; Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409 Москва, Каширское ш. 31, Россия yura@plasma.mephi.ru







Ольга Вячеславовна Огородникова, с.н.с, к.ф.-м.н.; Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409 Москва, Каширское ш. 31, Россия olga@plasma.mephi.ru



Anti-Matheway (So Kondit Martin Baltin

Виталий Сергеевич Ефимов, инженер; Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409 Москва, Каширское ш. 31, Россия evitaliy2005@yandex.ru

> Статья поступила в редакцию 10 февраля 2018 г. Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез, 2018, т. 41, вып. 1, с. 23—28.