

Воздействие плазменной струи на разные виды вольфрама

© А.В. Анкудинов,¹ А.В. Воронин,¹ В.К. Гусев,¹ Я.А. Герасименко,² Е.В. Демина,³
М.Д. Прусакова,³ Ю.В. Судьенков⁴

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
195251 Санкт-Петербург, Россия

³ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,
119991 Москва, Россия

⁴ Санкт-Петербургский государственный университет,
199164 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: voronin.mhd@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 10 июня 2013 г.)

Представлены результаты исследований воздействия плазмы на различные виды вольфрама, создающей нестационарные тепловые нагрузки, аналогичные ЭЛМ-событиям в токамаке. Данные получены в экспериментах по облучению вольфрама струями плазменной пушки, которая генерировала струю водородной плазмы плотностью $\sim 10^{22} \text{ м}^{-3}$, скоростью 100–200 km/s в течение 10 μs . Облучение проводилось потоком плазмы с плотностью энергии 0.70 и 0.25 MJ/m². Проведены исследования изменений структуры облученных образцов вольфрама — монокристаллического, горячекатаного и порошковых V_MP, ITER_D_2EDZJ4. В результате воздействия плазмы на поверхности монокристаллического, горячекатаного и порошкового вольфрама V_MP обнаружены регулярные трещины с периодом $\sim 1 \text{ mm}$. Структура облученной поверхности вольфрама ITER_D_2EDZJ4 оказалась наиболее устойчивой к разрушению. Глубина расплавленного слоя составляла около 1–3 μm , а зона активного термического воздействия $\sim 15\text{--}20 \mu\text{m}$. Структура материала приобретала ярко выраженную регулярность с характерным размером частиц менее 1 μm . Рентгеновский анализ показал изменение параметров кристаллической решетки после облучения, связанное с процессами плавления и кристаллизации поверхностного слоя. Исследования вольфрама V_MP после циклического облучения плазмой с различной плотностью энергии показали, что наибольшие повреждения поверхности обнаружены при большой плотности энергии, тогда как при малой энергии и большом количестве облучений поверхность имела наименьшие по размерам дефекты.

Введение

Исследования процессов взаимодействия плазмы с защитными материалами активизировались в связи со строительством экспериментального термоядерного реактора токамака ITER. Эксперименты и расчеты показывают, что динамические тепловые нагрузки на первую стенку токамака-реактора при проявлении периферийных неустойчивостей (так называемые ЭЛМ-события) могут составить 3–30 GW/m² в течение 0.1–1 μs и частотой повторения 1 Hz. В качестве одного из перспективных материалов первой стенки реактора рассматривается вольфрам. Однако существует и неопределенность в поведении разряда в момент его зажигания, а также в процессе горения в токамаке с вольфрамовой стенкой. Для разработки и создания первой стенки реактора имеющихся данных по взаимодействию материалов с плазменными источниками тепла большой мощности оказывается недостаточно. Поэтому изучение процессов поведения и взаимодействия плазмы с элементами стенки, изготовленными из вольфрама, с помощью интенсивных источников тепла может помочь решению задач по изготовлению первой стенки реактора. Кроме того, накопление и обобщение данных по нестационарному облучению материалов от таких источников может быть

полезным и для создания новых технологий, например расщепление тонких пленок.

Материалы первой стенки облучаются потоками плазмы в экспериментах на токамаках. Так, на установках JET, ASDEX и др. изучаются элементы бериллиевой стенки и вольфрамового дивертора [1–4]. Однако ни один из существующих токамаков не может создать тепловые потоки будущего реактора. Поэтому пучки электронов [5,6] и импульсные источники плазмы [7–9] также используются для изучения поведения материалов при больших тепловых нагрузках. С целью обобщения данных по нестационарному облучению материалов от источников с различными параметрами используется так называемый фактор воздействия $\varepsilon = (\text{плотность энергии}) \times (\text{длительность облучения})^{-1/2}$ [10]. Предполагается, что для ЭЛМ-события в ITER этот параметр может находиться в пределах $\varepsilon_{\text{ELM}} = 77\text{--}123 \text{ MJm}^{-2}\text{s}^{-1/2}$. Плавление вольфрама наступает, когда $\varepsilon_{\text{melt}} = 48 \text{ MJm}^{-2}\text{s}^{-1/2}$.

Цель настоящей работы состояла в пополнении базы данных результатов исследований воздействия плазмы на различные виды вольфрама, создающей большие нестационарные тепловые нагрузки, аналогичные ЭЛМ-событиям. Данные основаны на экспериментах по облучению вольфрама струями плазменной пушки с

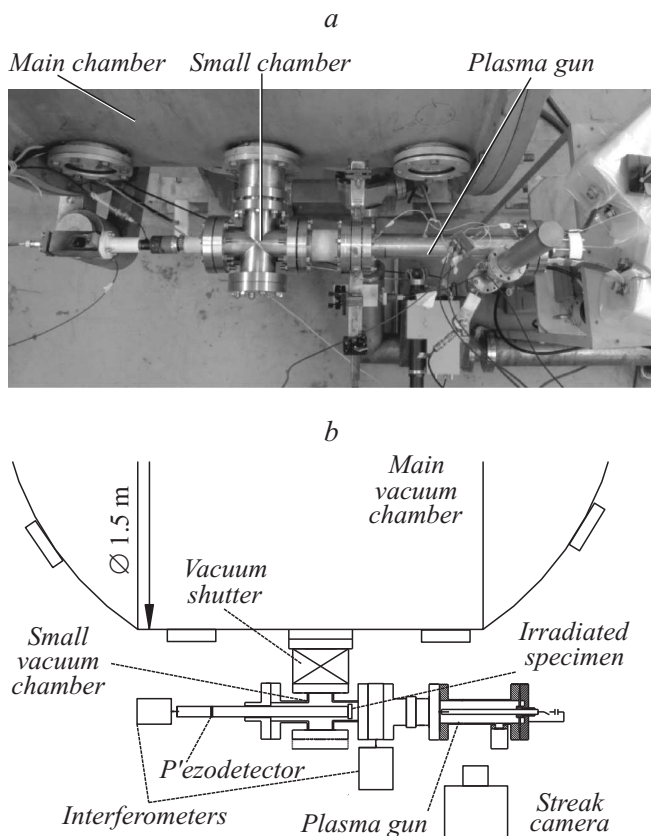


Рис. 1. *a* — вид сверху стенда плазменной пушки для облучения материалов; *b* — схема эксперимента.

большой кинетической энергией. В работе представлены результаты исследований структуры поверхности и морфологии образцов, изготовленных из разных видов вольфрама и облученных плазмой в различных условиях.

Методика эксперимента

Коаксиальная пушка с напуском газа, получаемого электрическим разрядом через гранулы гидрида титана, использовалась в качестве источника плазмы для облучения образцов [11]. Пушка генерировала струю водородной плазмы плотностью $\sim 10^{22} \text{ m}^{-3}$, скоростью 100–200 km/s в течение $10 \mu\text{s}$. Плотность мощности могла достигать 100 GW/m^2 (плотность энергии — до 1 MJ/m^2 , фактор воздействия плазмы на образец мог достигать $\epsilon_{\text{gun}} = 300$). Стенд плазменной пушки (рис. 1) состоял из малой и большой вакуумных камер, коаксиального ускорителя плазмы и диагностического комплекса [12]. Плотность потока мощности в такой струе на несколько порядков превышала величины, достижимые в токамаках, что значительно ускоряло накопление данных об изменениях даже в таких тугоплавких материалах как вольфрам.

Образцы четырех видов вольфрама (монокристаллический, горячекатаный и порошковые марок V_MP и ITER_D_2EDZJ4 производства ОАО „Полема“) облучались потоком плазменной струи с расстояния 70 mm [13]. Характерный размер пятна облучения на образце составлял $\sim 1.5 \text{ cm}$. Два режима плазменной струи с факторами воздействия $\epsilon_{\text{gun}} = 80 \sim \epsilon_{\text{ELM}}$ и $\epsilon_{\text{gun}} = 230 > \epsilon_{\text{ELM}}$ были выбраны для облучения.

Поверхность и микроструктура по глубине образца изучались с помощью сканирующего электронного LEO 430i, Japan (SEM) и атомно-силового (AFM) микроскопов. Исследования на AFM проводились в полуконтактном режиме зондом fпn11 (резонансная частота $\nu_0 = 123 \text{ kHz}$), свободная амплитуда колебаний зонда $A_0 = 85 \text{ nm}$, амплитуда взаимодействия зонда с поверхностью $A = 75 \text{ nm}$. Шлиф образца для SEM готовили методом механической полировки с последующим химическим травлением в реактиве 1 g NaOH, 3.5 g $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ и 75 ml воды. Рентгеноструктурный анализ проводили с помощью дифрактометра ДРОН-6 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении.

Результаты микроструктурного исследования вольфрама разных видов

Проведено облучение различных видов вольфрама потоком плазмы с плотностью энергии 0.70 MJ/m^2 , $\epsilon_{\text{gun}} = 230$, количество облучений 5. Фотографии облученных поверхностей представлены на рис. 2. Видно, что на поверхности монокристаллического, горя-

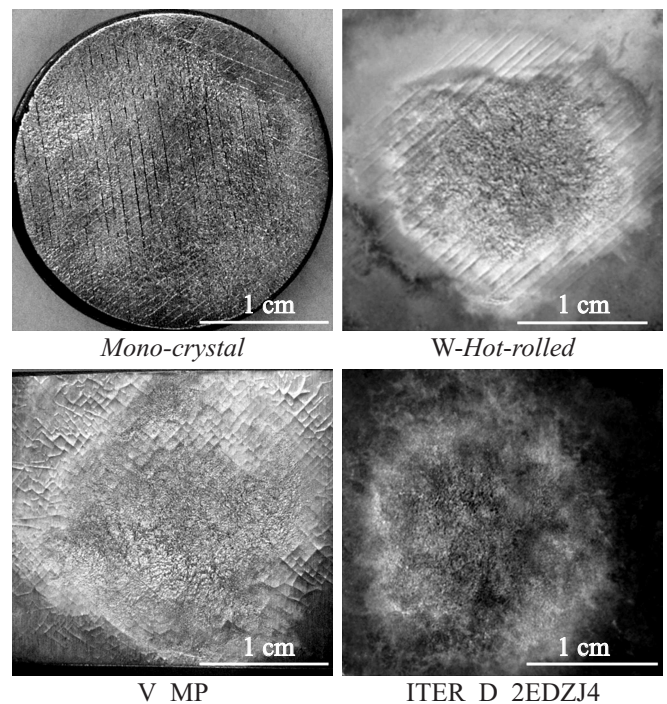


Рис. 2. Облучение поверхности различных видов вольфрама; плотность энергии 0.70 MJ/m^2 , $\epsilon_{\text{gun}} = 230$, количество облучений 5.

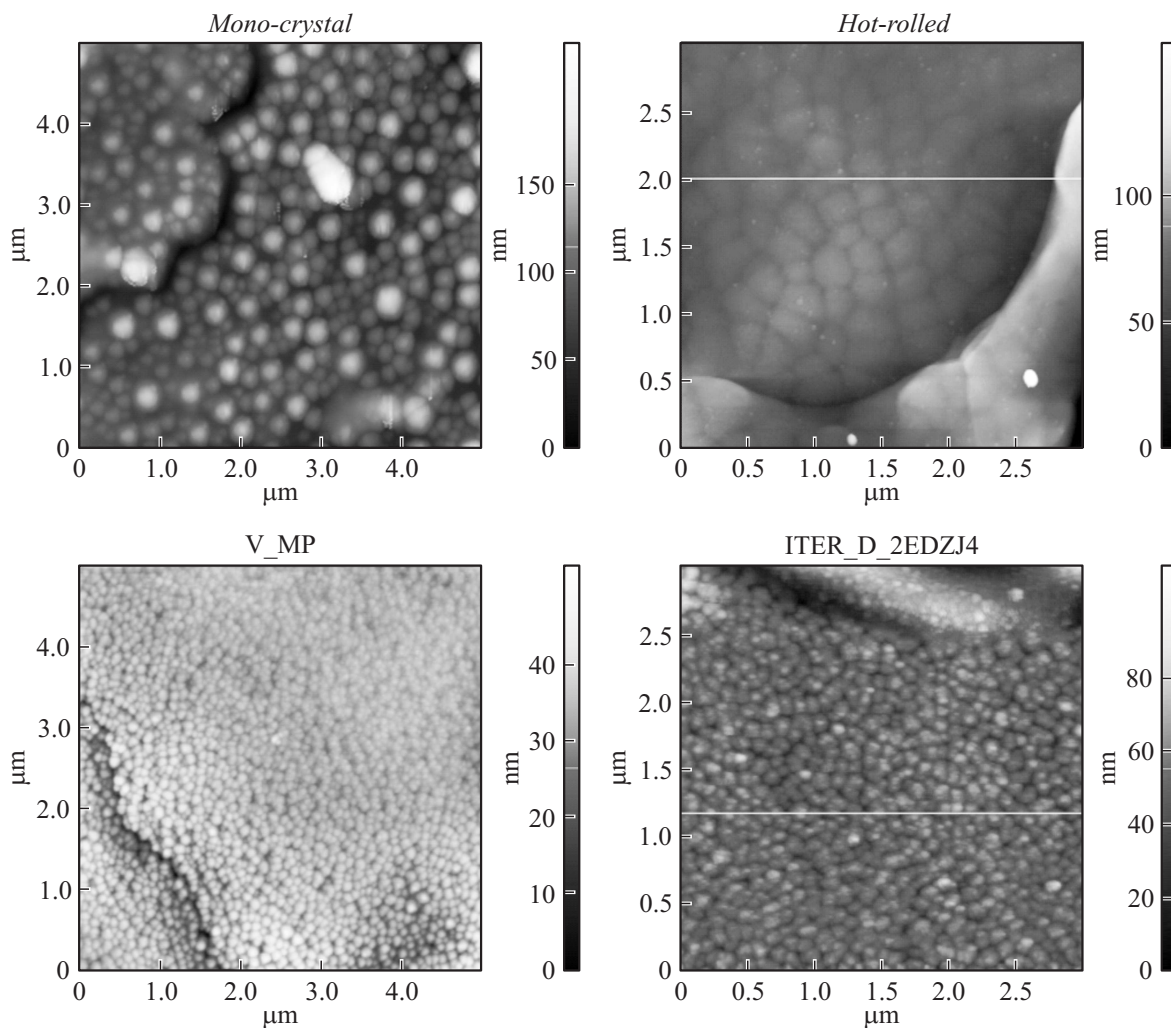


Рис. 3. AFM-топограммы облученных поверхностей различных видов вольфрама; плотность энергии 0.70 MJ/m^2 , $\epsilon_{\text{gun}} = 230$, количество облучений 5.

чекатаного и порошкового вольфрама V_MP образовались регулярные трещины с периодом $\sim 1 \text{ mm}$. Поверхность горячекатаного вольфрама модифицировалась сильнее других — видны следы, как расплавления, так и растрескивания (расслоения) поверхностного слоя металла. Структура облученной поверхности вольфрама ITER_D_2EDZJ4 оказалась наиболее устойчивой к разрушению.

Проведена топография AFM облученных образцов, которая показала характерные размеры образовавшихся частиц и глубины модификации материала, достигавшей нескольких микрометров (рис. 3). На монокристаллическом и порошковых вольфрамах V_MP, ITER_D_2EDZJ4 обнаружены характерные размеры образовавшихся кратеров менее $1 \mu\text{m}$. Структура материала приобретала ярко выраженную регулярность. В необлученных образцах, а в горячекатаных и после облучения, такая структура не обнаружена.

С помощью SEM проведено детальное исследование микроструктуры облученной поверхности и поперечного шлифа вольфрама ITER_D_2EDZJ4. На рис. 4 представлена микроструктура облученной поверхности при разных увеличениях. В зоне максимального воздействия поток водородной плазмы приводил к расплавлению металла и образованию волнообразной поверхности, содержащей гребни, впадины, капли расплавленного металла, а также „катушечные“ структуры, подобные спиральям роста при затвердевании металла из жидкого состояния вокруг винтовых дислокаций. На расплавленной поверхности видны множественные трещины. Капли вольфрама часто расположены на уже имеющихся трещинах. Это показывает, что они упали и закристаллизовались после образования трещин. На рис. 4, с хорошо видна капля вольфрама на образовавшейся ранее трещине. Микроструктура, близкая к наблюдаемой, описана в работе [14] при исследовании композиционного спеченного сплава $\text{W}-1\% \text{La}_2\text{O}_3$.

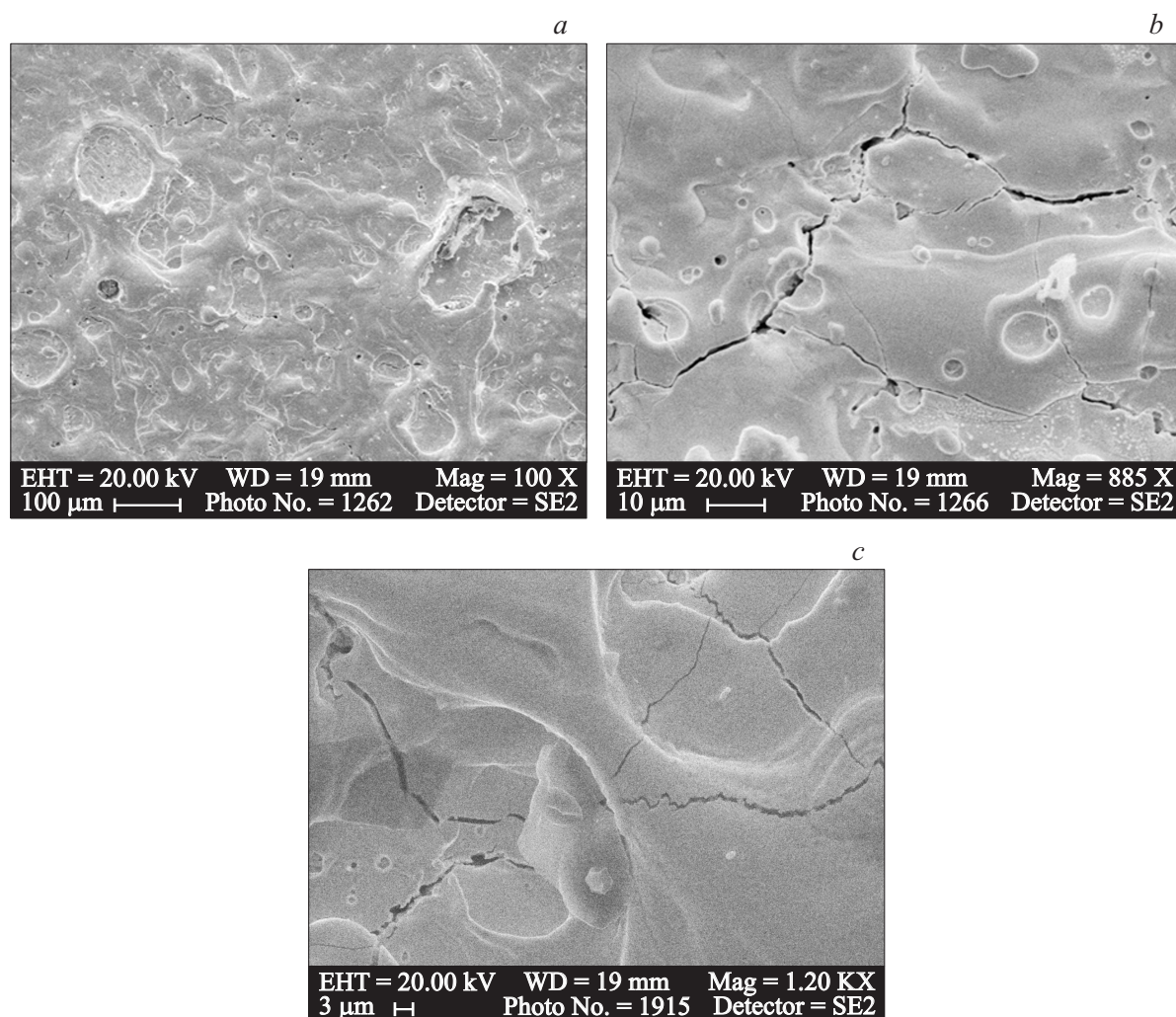


Рис. 4. Микроструктура облученной поверхности вольфрама ITER_D_2EDZJ4 при разных увеличениях (сканирующая электронная микроскопия).

На рис. 5 представлена микроструктура вольфрама ITER_D_2EDZJ4 на поперечном шлифе. Хорошо видна не только структура шлифа, но и волнообразный характер облученной поверхности (рис. 5, *a*). Глубина расплавленного слоя составляла около $1\text{--}3\ \mu\text{m}$. Видна зона активного термического воздействия глубиной около $15\text{--}20\ \mu\text{m}$, а также, вероятно, пластические сдвиги в блочной структуре (рис. 5, *b*). Съемка под некоторым углом выявляет структурные особенности микроструктуры на травленном шлифе (разные участки) (рис. 5, *c, d*). При этом в зоне выделения максимальной энергии отчетливо проявляется зона активного термического влияния. Можно предположить, что максимальная величина зоны термического воздействия распространяется на большую глубину, что проявляется в характере блочного строения верхних слоев вольфрама. Можно предположить, что происходит смещение блоков относительно друг друга по их границам. А сами границы разрыхляются за счет диффузии пор, движе-

ния дислокаций и, возможно, накопления проникающих ионов.

Данные рентгенструктурного анализа вольфрама ITER_D_2EDZJ4 до и после облучения на стенде плазменной пушки ($\text{CuK}\alpha$ -излучение) сведены в таблице. На рентгенограммах не было зарегистрировано посторонних фаз, кроме металлического вольфрама с кубической объемноцентрированной решеткой. Дифрактограммы вольфрама ITER_D_2EDZJ4 после и до облучения представлены на рис. 6. Измерения показали, что если в исходном образце (рис. 6, *b*) наблюдается текстура по плоскости (200), обусловленная процессом приготовления материала (горячее прессование), то после облучения (рис. 6, *a*) обнаруживается сильно выраженная текстура по плоскости (110), связанная с процессами плавления и кристаллизации поверхностного слоя. Этот эффект, вероятно, связан с характером кристаллизации расплавленного вольфрама на поверхности в виде системы однородных вздутых образований (рис. 5) (которые хорошо видны на торцевом шли-

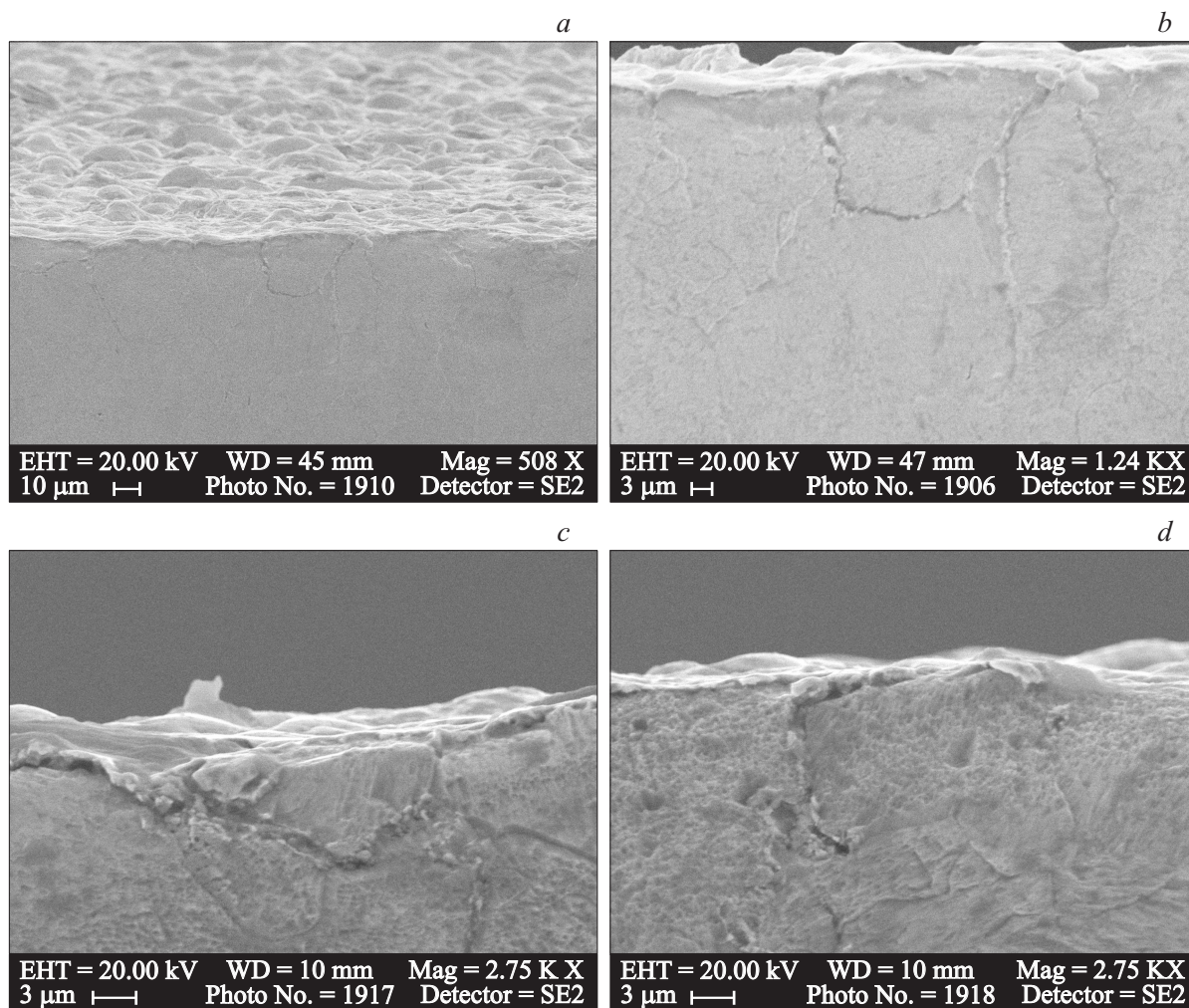


Рис. 5. Микроструктура разных участков поверхностного слоя образцов вольфрама ITER_D_2EDZJ4, наблюдаемая в поперечном шлифе (сканирующая электронная микроскопия).

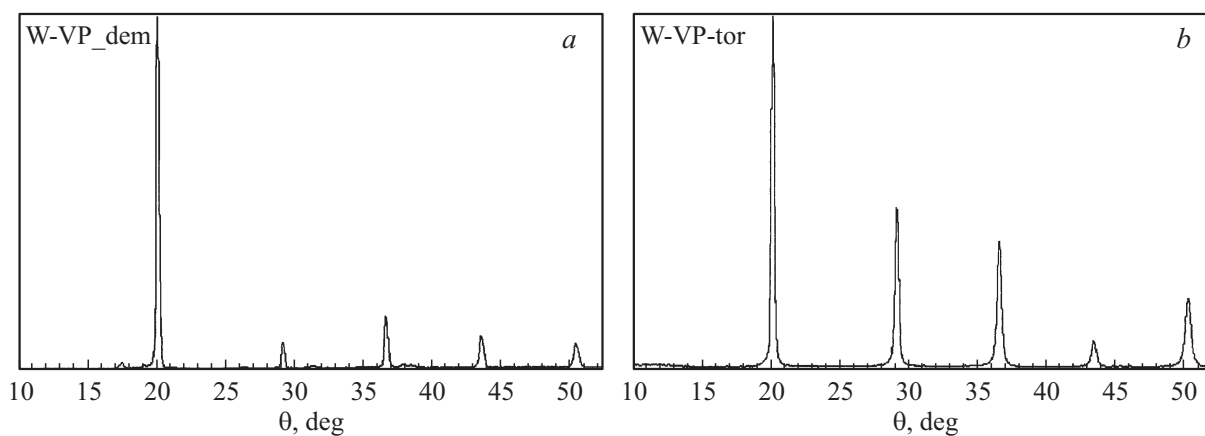


Рис. 6. Дифрактограммы вольфрама ITER_D_2EDZJ4 после (a) и до облучения (b); углы рассеяния θ для: W(110) $\sim 20^\circ$; W(200) — 29° ; W(211) — 36.5° ; W(211) — 43.5° ; W(211) — 50.5° .

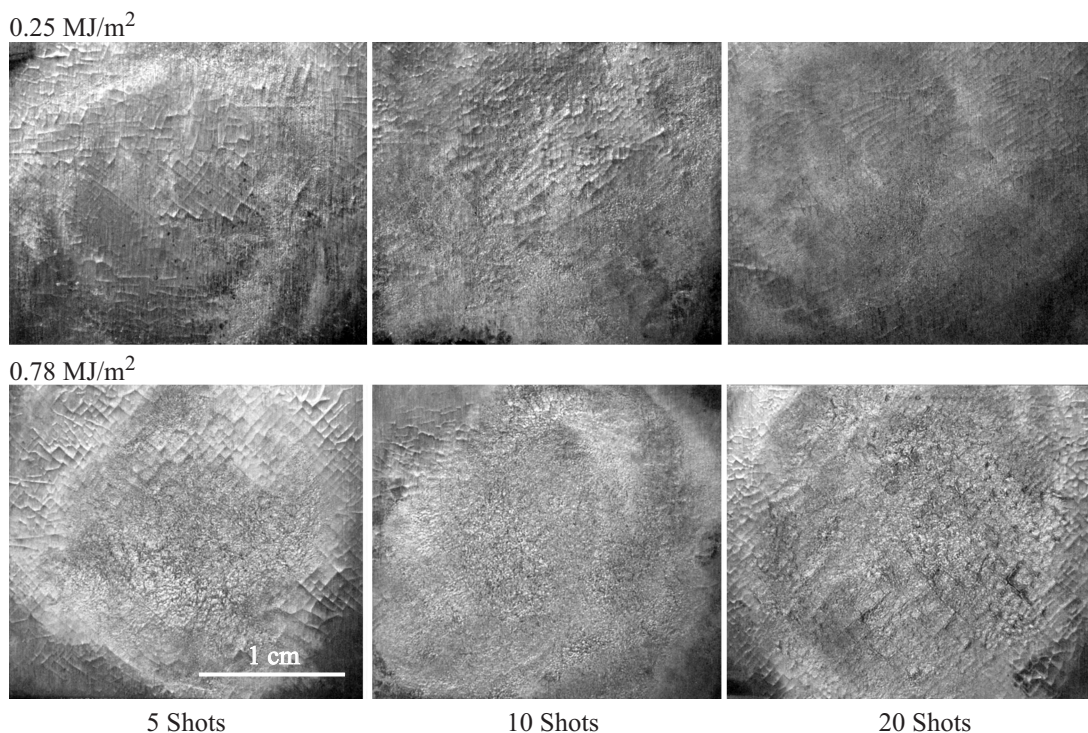


Рис. 7. Поверхность вольфрама V_MP после циклического облучения плазмой с различной плотностью энергии $\epsilon_{\text{gun}} = 80.230$.

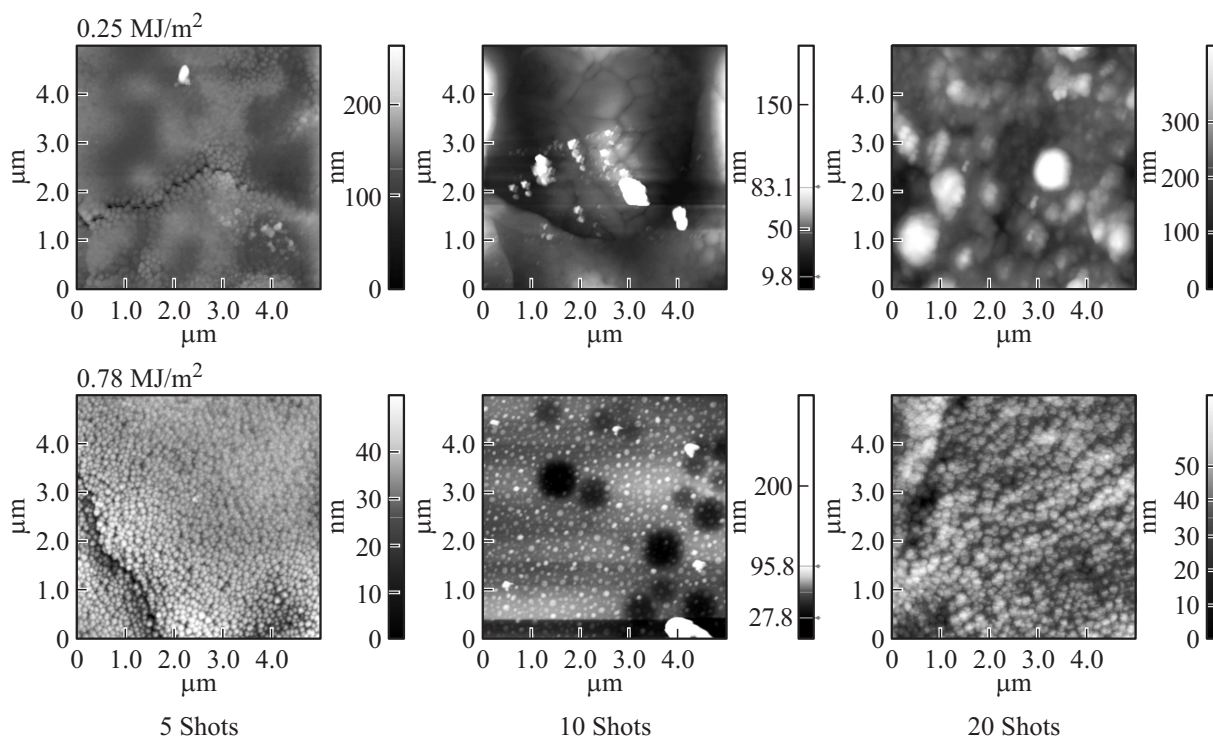


Рис. 8. AFM-топограммы поверхности вольфрама V_MP после циклического облучения плазмой с различной плотностью энергии, $\epsilon_{\text{gun}} = 80.230$.

Параметры решетки вольфрама до и после облучения на стенде плазменной пушки ($\text{CuK}\alpha$ -излучение)

Состояние образца	Параметры решетки $a, \text{Å}$	Объем элементарной ячейки $V, \text{Å}^3$
Вольфрам ITER_D_2EDZJ до облучения	3.1660	31.74
Вольфрам ITER_D_2EDZJ после облучения, 5 импульсов, 0.7 MJ/m^2	3.1625	31.63
Горячекатанный вольфрам после облучения, 5 импульсов, 0.7 MJ/m^2	3.1639	31.67
Вольфрам ITER_D_2EDZJ — уменьшение параметра после облучения	$\Delta a = 0.0035$	—

фе и где одновременно видна поверхность — некие „солетончики“). После облучения происходит слабое уменьшение параметра кристаллической решетки вольфрама ($\Delta a = 0.0035 \text{ Å}$), объясняемое, вероятно, убылью „несвязанных“ атомов примесей (прежде всего С, О, Н, N). Известно, что растворимость примесей внедрения (О, Н, N, С) в кристаллической решетке вольфрама крайне незначительна даже при температуре плавления вольфрама [15].

Проведены исследования поверхностного слоя вольфрама V_MP после многократного облучения плазмой с различной плотностью энергии $\varepsilon_{\text{gun}} = 80.230$. На рис. 7 представлена микроструктура поверхности шести облученных образцов. Видно, что наибольшие повреждения поверхности обнаружены при большой плотности энергии. При малой энергии и большом количестве облучений поверхность имеет наименьшие дефекты. Вероятно, такие режимы облучения способствуют заживанию дефектов.

АФМ-топограммы поверхности вольфрама V_MP после циклического облучения плазмой с различной плотностью энергии приведены на рис. 8. При большей плотности энергии (0.78 MJ/m^2 , $\varepsilon_{\text{gun}} = 230$) и любом количестве облучений наблюдается возникновение регулярной структуры материала с характерным размером частиц менее $1 \mu\text{m}$. При плотности энергии 0.25 MJ/m^2 , $\varepsilon_{\text{gun}} = 80$ этот эффект отсутствует.

Заключение

Проведены исследования структуры поверхности и морфология облученных струей плазмы образцов вольфрама — монокристаллического, горячекатаного и порошковых V_MP, ITER_D_2EDZJ4. На поверхности монокристаллического, горячекатаного и порошкового

вольфрама V_MP обнаружены регулярные трещины с периодом $\sim 1 \text{ mm}$. Структура облученной поверхности вольфрама ITER_D_2EDZJ4 оказалась наиболее устойчивой к разрушению. Глубина расплавленного слоя составляла около $1-3 \mu\text{m}$, а зона активного термического воздействия — глубиной около $15-20 \mu\text{m}$. Структура вольфрама V_MP, ITER_D_2EDZJ4 приобретала ярко выраженную регулярность с характерным размером частиц менее $1 \mu\text{m}$. В необлученных, а горячекатаных образцах и после облучения такая структура не обнаружена. Дифрактограммы вольфрама ITER_D_2EDZJ4 после и до облучения показали, что если в исходном образце наблюдается текстура по плоскости (200), обусловленная технологией изготовления материала (горячее прессование), то после облучения обнаруживается сильно выраженная текстура по плоскости (110), связанная с процессами плавления и кристаллизации поверхностного слоя. Исследования поверхностного слоя вольфрама V_MP после циклического облучения плазмой с различной плотностью энергии показали, что наибольшие повреждения обнаружены при большей плотности энергии. При малой плотности энергии и большом количестве циклов облучения наблюдается минимальное количество дефектов, что, по-видимому, определяется процессом заживания поверхности.

Работа проводилась при финансовой поддержке гранта РФФИ 11-08-00813-а, IAEA Research Contracts No: 16939, 16960 а также при поддержке Президиума РАН, Министерства науки и образования, 14.518.11.7004. 11.G34.31.0041.

Список литературы

- [1] *Matthews G.F.* et. al // Phys. Ser. 2009. Vol. 138.
- [2] *Matthews G.F.* et. al // J. Nuclear Materials. 2009. Vol. 390–391. P. 934–937.
- [3] *Gruber O.* et. al // Nucl. Fusion. 2009. Vol. 49.
- [4] *Sugiyama K.* et. al // Nucl. Fusion. 2010. Vol. 50.
- [5] *Shoshin A.* et. al. Fusion Science and Technology. 2011. Vol. 59. N 1. P. 57–60.
- [6] *Hirai T.* et. al. // JUDITH http://www-pub.iaea.org/MTCD/Meetings/PDFplus/fusion-20-preprints/FT_P1-20.pdf.
- [7] *De Temmerman G.* et. al. // Nucl. Fusion. 2011. Vol. 51.
- [8] *Garkusha I.E., Landman I., Linke J., Makhraj V.A., Medvedev A.V., Malykhin S.V., Peschanyi S., Pintsuk G., Pugachev A.T., Tereshin V.I.* // J. Nuclear Materials. 2011. Vol. 415. P. S65–S69.
- [9] *Safronov V.M.* et. al. // Problems of Atomic Science and Technology. 2010. N 6. Ser. Plasma Physics (16). P. 51–53.
- [10] *Pitts R.A.* Strategy Workshop, Cadarache, 5 September 2011.
- [11] *Voronin A.V.* et. al. Nukleonika, 2008. Vol. 53. P. 103.
- [12] *Воронин А.В., Гусев В.К., Герасименко Я.А., Судьенков Ю.В.* // ЖТФ. 2013. Вып. 8. С. 36.

- [13] *Voronin A.V., Ankudinov A.V., Gusev V.K., Gerasimenko Ya.A., Demina A.N., Novokhatsky A.N., Petrov Yu.V., Sakharov N.V., Sudenkov Yu.V.* 39th European Physical Society Conference on Plasma Physics Stockholm, Sweden, 2-6 July 2012. P4.080. <http://ocs.ciemat.es/epsicpp2012pap/pdf/P4.080.pdf>.
- [14] *Демина Е.В., Грибков В.А., Пименов В.Н., Масляев С.А., Прусакова М.Д., Широкова В., Лаас Т., Узасте Ю.* // ФХОМ, 2013, № 3. С. 15–20.
- [15] *Савицкий Е.М., Поварова К.Б., Макаров П.В.* Металловедение вольфрама. М.: Металлургия, 1978. 223 с.