

М.С. ЗИБРОВ, А.А. ПИСАРЕВ, Ю.М. ГАСПАРЯН, М. MAYER<sup>1</sup>,  
L. GAO<sup>1</sup>, S. ELGETI<sup>1</sup>, H. KURISHITA<sup>2</sup>

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»*

<sup>1</sup>*Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, Germany*

<sup>2</sup>*International Research Center for Nuclear Materials Science, IMR, Tohoku University,  
Oarai, Ibaraki, Japan*

## **УДЕРЖАНИЕ ДЕЙТЕРИЯ В ВОЛЬФРАМЕ С ДОБАВКАМИ КАРБИДА ТИТАНА И КАРБИДА ТАНТАЛА ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ**

Вольфрам будет использован в ИТЭР в качестве обращенного к плазме материала в диверторной области, и его также планируют применять в термоядерных реакторах следующего поколения. Однако использование чистого вольфрама является проблематичным в связи с его неудовлетворительными термо-механическими свойствами. Вольфрам с добавками карбида титана или карбида тантала обладает повышенной пластичностью при комнатной температуре, повышенной стойкостью к радиационным повреждениям и хорошей сопротивляемостью к растрескиванию при срывах плазмы, что делает привлекательным его использование в качестве ОПМ или конструкционного материала [1]. Однако предыдущие исследования показали, что при повышенных температурах ( $> 450$  К) удержание изотопов водорода в этих материалах оказывается большим, чем в чистом вольфраме [2,3]. В реакторе ИТЭР и термоядерных реакторах следующего поколения диверторные пластины будут работать при высоких температурах ( $> 800$  К), поэтому изучение накопления водорода в этих материалах при высоких температурах имеет особую важность.

В данной работе исследовались вольфрам с добавкой 1,1 вес.% карбида титана (W-1.1TiC), вольфрам с добавкой 3,3 вес.% карбида тантала (W-3.3TaC) и поликристаллический вольфрам чистотой 99,97 вес.%. Предварительно все образцы были механически отполированы до зеркального блеска и отожжены в вакууме при температуре 1223 К в течение двух часов.

В первой серии экспериментов образцы всех типов облучались ионами дейтерия (преимущественно  $D_3^+$ ) со средней энергией 38 эВ/D, вытягиваемыми из плазмы ЭЦР разряда, на установке PlaQ при температуре образцов 800 К. После окончания облучения образцы охлаждались до комнатной температуры в атмосфере дейтерия при давлении 500 Па в течение примерно 30 мин. Дозы облучения изменялись в диапазоне от  $1 \times 10^{24}$  D/м<sup>2</sup>

до  $1,8 \times 10^{25}$  D/m<sup>2</sup>. Во второй серии экспериментов образцы выдерживались в атмосфере дейтерия в течение 24 часов при давлении 100 кПа и различных температурах: 800 К, 873 К и 963 К. По окончании выдержки образцы быстро (менее чем за 2 минуты) охлаждались в атмосфере дейтерия до комнатной температуры.

Распределение захваченного дейтерия по глубине (вплоть до глубины порядка 7 мкм) определялось методом ядерных реакций (МЯР) с использованием реакции  $D(^3\text{He}, p)^4\text{He}$  на ускорителе TANDEM. Общее количество захваченного дейтерия определялось методом термодесорбционной спектроскопии с учетом десорбции молекул D<sub>2</sub> и HD на установке TESS.

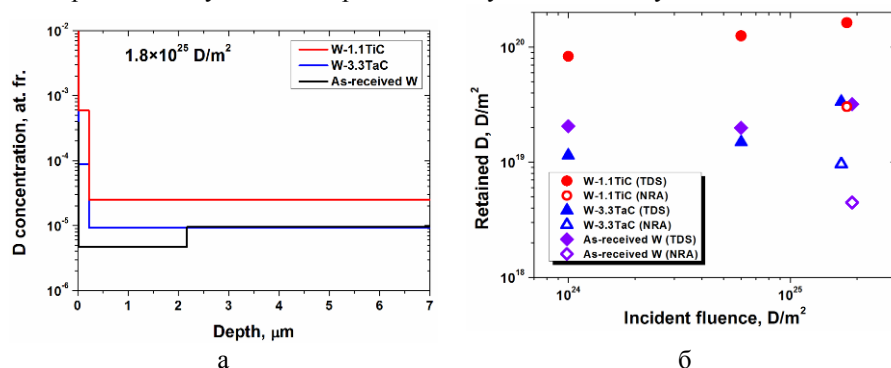


Рис. 1. Профили распределения концентрации дейтерия по глубине (а) и дозовая зависимость захвата дейтерия в случае облучения образцов 38 эВ/D ионами при 800 К

Анализ облученных образцов методом ядерных реакций показал, что в W-3.3TaC и чистом вольфраме концентрации захваченного дейтерия в глубине материала ( $> 2$  мкм) были примерно одинаковы и очень малы (близки к пределу чувствительности метода). В W-1.1TiC концентрация дейтерия была в несколько раз выше, чем в W-3.3TaC и чистом вольфраме (рис. 1а). ТДС спектры образцов состояли из одного широкого пика с максимумом при температурах больших 950 К. При этом с увеличением дозы облучения наблюдалось уширение пика и сдвиг его позиции в область больших температур, что свидетельствует о увеличении максимальной глубины, на которой захватывается дейтерий, с ростом дозы облучения. Для всех доз облучения количество дейтерия, захваченного в W-3.3TaC и чистый вольфрам, было примерно одинаково, в то время как захват в W-1.1TiC был в несколько раз выше, чем в эти материалы (рис. 1б). Для всех

образцов количество захваченного дейтерия, определенное при помощи ТДС (сплошные символы на рис. 1б) было в несколько раз выше, чем количество, определенное при помощи МЯР (полые символы), что свидетельствует о захвате дейтерия на глубинах превышающих 7 мкм. Следует отметить, что такая существенная разница в количестве захваченного дейтерия между W-1.1TiC и W-3.3TaC не наблюдалась в случае облучения при меньших температурах [2,3].

В случае выдержки образцов в газе, при всех использовавшихся температурах концентрация дейтерия в W-1.1TiC была более, чем на порядок выше, чем таковая в W-3.3TaC и чистом вольфраме. Максимальная концентрация дейтерия в W-1.1TiC наблюдалась в случае выдержки при 800 К (рис. 2), и была почти на порядок выше, чем в случае ионного облучения при той же температуре, несмотря на то, что длительность выдержки в газе (24 часа) была меньше длительности облучения до самой высокой дозы (56 часов). Предварительные оценки показывают, что причиной этого может являться тот факт, что при насыщении из газа концентрация растворенного водорода в образцах была в несколько раз больше, чем при облучении.

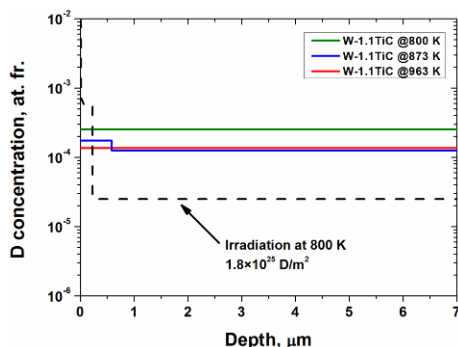


Рис. 2. Профили распределения концентрации дейтерия по глубине в случае выдержки образцов в атмосфере дейтерия при давлении 100 кПа и различных температурах в течение 24 часов

Результаты ТДС измерений показали, что в случае выдержки при температурах 873 К и 963 К, средняя объемная концентрация дейтерия в ловушках совпадала с концентрациями, полученными при помощи МЯР, т.е. образцы были практически равномерно насыщены по всему объему. В случае же выдержки при 800 К, сравнение результатов МЯР и ТДС пока-

зало, что образцы не были полностью насыщены. В случае образцов W-3.3TaC и чистого вольфрама, объемная концентрация дейтерия в них была очень мала (порядка  $3 \times 10^{-6}$  ат. долей).

Результаты данных экспериментов показывают, что даже при температурах близких к 1000 К, вольфрам с добавками карбида титана может удерживать в себе большие количества дейтерия, чем чистый вольфрам. Это означает, что в W-1.1TiC имеется большая (почти на порядок) концентрация ловушек, чем в чистом вольфраме. Можно предположить, что такими центрами захвата дейтерия в W-1.1TiC являются карбидные включения. Ранее в литературе отмечалось, что карбиды могут существовать в нестехиометрическом виде ( $\text{TiC}_x$  и  $\text{TaC}_x$ ), т.е. в них существует большое количество вакансий, которые могут удерживать дейтерий. Однако коэффициент диффузии водорода в карбидах значительно ниже, чем в вольфраме, поэтому при низких температурах захват в их объеме должен быть небольшим. Тем не менее, согласно [4], уже при 773 К в карбиде титана за 24 часа дейтерий может продиффундировать на глубину около 2 мкм, т.е. большую, чем размеры карбидных включений. Поэтому при таких температурах и выше захват в карбидные включения может оказаться существенным. Однако данные по поведению водорода в карбиде тантала отсутствуют.

Различия в захвате дейтерия в вольфрам с добавками карбида титана и карбида тантала при высоких температурах могут быть обусловлены несколькими факторами, среди которых можно выделить: различие в количестве и среднем размере карбидных включений, различная степень их нестехиометрии, различие в растворимости и коэффициенте диффузии водорода в карбиде титана и тантала. Однако более детальное выяснение различий в характере удержания водорода в этих материалах при высоких температурах требуют дополнительных исследований.

[1] H. Kurishita et al, Material. Trans. 54 (2013) 456.

[2] M. Zibrov et al. "Deuterium retention in TiC and TaC doped tungsten under low-energy ion irradiation", Phys. Scr. (2014), in press.

[3] M. Oya et al. "Deuterium retention in various toughened, fine-grained recrystallized tungsten materials under different irradiation conditions", Phys. Scr. (2014), in press.

[4] T. Nozaki et al, Material. Trans. 52 (2011) 526.