

А.А. АЙРАПЕТОВ, Л.Б. БЕГРАМБЕКОВ, С.В. ВЕРГАЗОВ,
А.Н. ВОЙТЮК, А.А. ГОРДЕЕВ, Я.А. САДОВСКИЙ, В.П. ТЕРЕНТЬЕВ
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

ГАЗИФИЦИРОВАНИЕ И УДАЛЕНИЕ УГЛЕРОДНЫХ СЛОЕВ ИЗ ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК

Известно, что в токамаках с контактирующими с плазмой элементами, выполненными из углеродных материалов, при распылении в конечном итоге образуются углеродные слои, захватывающие большое количество изотопов водорода. Неконтролируемый выброс удерживаемых газов из таких слоев отрицательно сказывается на поведении разрядов, а в ИТЭР накопление в перенапыленных слоях большого количества трития создаст невозможность его дальнейшей эксплуатации. Для удаления углеродных слоев в термоядерных установках обычно используются так называемые «кондиционирующие» разряды, в процессе которых, в результате реакции водорода плазмы со слоем углерода, образуются и откачиваются из установки углеводороды. Однако, при проведении «кондиционирующих» разрядов в токамаке эффективного удаления перенапыленных слоев из щелей не происходит [1], так как плазма не проникает в щели на всю глубину. Другим способом удаления перенапыленных углеродных слоев является их термическое окисление в атмосфере кислорода, однако температуры поверхности, необходимые для эффективного протекания этого процесса недостижимы в ИТЭРе [1,2]. Известно, что озон вступает в реакции окисления при меньших температурах, чем кислород [3], поэтому использование озона для термического удаления перенапыленных углеродных слоев из щелей может быть перспективным методом для ИТЭР.

Целью данной работы была экспериментальная проверка возможности использования озона для удаления углеродных слоев из щелей и измерение скорости удаления углерода в зависимости от геометрии щели и температуры. Кроме того, ставилась задача определить возможность удаления с помощью озона бор-углеродных слоев, которые могут образовываться при распылении покрытия карбида бора, используемого в качестве защитного покрытия вольфрамовых тайлов дивертора ИТЭР.

Для получения озона использовался специально разработанный озонатор на барьерном разряде. Озонатор позволяет получить концентрацию озона 1% в кислородно-озоновой смеси при давлении 1 атм.

Измерение скорости эрозии углеродных образцов проводилось с помощью взвешивания. Для анализа скорости эрозии бор-углеродных пле-

нок использовался рентгеновский энерго-дисперсионный анализ.

На первом этапе экспериментов измерялась скорость взаимодействия кислорода и кислородно-озоновой смеси с образцами из углеродных материалов. Углеродный композит (CFC) и графит МПГ-8 выдерживались в кислороде при повышенной температуре (200°C, 0,3 атм, 3 часа). Убыль их веса составляла менее 6×10^{-7} г/см² час (или 3×10^{-3} мкм/час). При, практически, тех же параметрах эксперимента (220 °С, 0,3 атм, 3 часа), но с добавлением 0,6% озона убыль веса углеродных образцов составила около 9×10^{-5} г/см² час (0,5 мкм/час). При увеличении температуры образцов до 250°C убыль веса образцов составила уже $1,1 \times 10^{-4}$ г/см² час. (0,6 мкм/час).

При экспозиции в аналогичных условиях углеродных пленок, которые были получены при распылении графита ионами аргона осаждением на нержавеющую подложку при температуре 500°C, реакция озона с ними шла медленнее (скорость эрозии составляла величину порядка 0,03 мкм/час). Вероятно, это объясняется тем, что при напылении при такой температуре пленки получают высокоструктурированные, в отличие от CFC, в котором есть множество пор и дефектов. Углеродные пленки, полученные на токамаке Т-10, реагировали с озоном примерно с той же скоростью, что и образцы из CFC.

Далее были проведены эксперименты по газификации в кислородно-озоновой смеси бор-углеродной пленки, полученной путем осаждения продуктов распыления карбида бора аргоном и смесью аргона с водородом. Пленки были выдержаны в кислородно-озоновой смеси (концентрация озона 1 %, давление 1 атм, температура 250°C); скорость эрозии составила величину порядка 0,01 мкм/час. Исходя из анализа состава пленки до выдержки в кислородно-озоновой смеси и после нее, можно сделать вывод, что происходит удаление как углерода, так и бора. Углерод, как и при эрозии углеродной пленки, при реакции с озоном образует СО и СО₂, которые откачиваются. При реакции окисления бора образуется борный ангидрид. За счет того, что в реакционном объеме присутствует вода (в виде остаточного газа сорбированная на поверхности и растворенная в объеме), возможна реакция борного ангидрида с водой с образованием борной кислоты, которая может переходить в газовую фазу. Таким образом, при выдержке бор-углеродной пленки в озон-кислородной смеси при повышенной температуре происходит ее газификация.

В последующих экспериментах с бор-углеродными пленками предполагается определить влияние наличия водорода в пленке на скорость ее

газификации и провести реакцию окисленной пленки с парами спирта, что может ускорить газификацию пленки за счет образования летучего эфира борной кислоты.

Для измерения скорости удаления углеродных слоев из щелей были подготовлены специальные сборки из нержавеющей стали, имеющие перевернутый П-образный профиль, у которого дно и боковые стенки выкладывались исследуемыми образцами (рис.1). Глубина щели после установки образцов составляла 5 мм, а ширина в различных варьировалась от 2 до 1 мм. Образцы экспонировались в кислородно-озоновой смеси при температуре 250°C и давлении 0,3 атм. Для щели шириной 2 мм скорость эрозии «дна» из CFC составила $0.6 \pm 0,1$ мкм/час, что практически совпадает со значением для плоских образцов. При ширине щели 1 мм скорость эрозии «дна» составила 0.5 ± 0.1 мкм/час. В случае, когда стенки щели также выполнены из CFC, скорость эрозии «дна» оказалась меньше и составила 0.4 ± 0.1 мкм/час. Это, скорее всего, связано с уменьшением в газовой смеси концентрации озона, достигающего дна щели из-за его расхода на эрозию стенок.

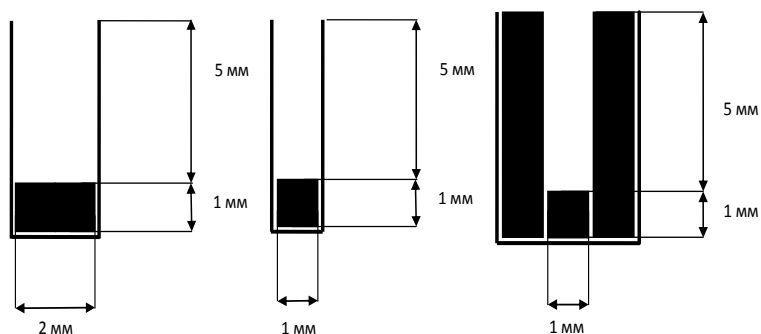


Рис. 1. Схемы макетов щелей, имеющих различную конфигурацию и различные материалы стенок.

Для определения изменения скорости эрозии за счет расходования озона при эрозии образцов были проведены следующие эксперименты. В реактор для выдержки образцов в газовой смеси были положены подряд три образца длиной по 2 см. Таким образом, газовая смесь от озонатора проходила последовательно вдоль трех образцов. Результат представлен в табл. 1.

Позиция образца	Скорость эрозии при 250°C, мкм/час	Скорость эрозии при 220°C мкм/час
1	0,6±0,1	0,5±0,1
2	0,19±0,02	0,36±0,04
3	0,007±0,005	0,12±0,02

Табл. 1.

Видно, что при большей температуре скорость распыления первого образца больше, что приводит к гибели большей доли озона. Таки образом, концентрация озона вблизи последующих образцов уменьшается, и это приводит к уменьшению скорости эрозии относительно первого образца. За счет этого эффекта скорость эрозии дальних от источника озона образцов больше при меньшей температуре.

Для того, чтобы определить, окисляются ли материалы вакуумной стенки и дивертора, была проведена экспозиция в кислород-озоновой смеси образцов нержавеющей стали 12X18Н10Т и вольфрама марки ВА. Обнаружено, то окислирование образцов происходит со скоростью не более 3×10^{-7} г/см²час, что соответствует росту менее одного монослоя оксида в час.

Таким образом, показано, что кислородно-озоновая смесь эффективно эродирует углеграфитовый композит и углеродные пленки. При увеличении температуры от 100 до 250°C происходит увеличение скорости эрозии. Скорость эрозии углеродных материалов может быть увеличена до десяти раз при большей концентрации озона (концентрация может достигать 5-7%).

Показано, что в кислородно-озоновой смеси при температуре 250°C происходит газификация бор-углеродных пленок. Для ускорения эрозии окислированных бор-углеродных пленок планируется проведение их реакции со спиртами, которые приводят к образованию летучих эфиров борной кислоты.

- [1] I. Tanarro et al, J.Nucl.Mat.390–391 (2009) 696.
- [2] J.W. Davis, A.A. Haasz, J. Nucl.Mat.390–391 (2009) 532.
- [3] R. Moormann, H.-K. Hinssen, C.H. Wu, Proceedings of the 18th IAEA Fusion Energy Conf. on Fusion Energy, Sorrento, Italy, October 4–10 2000, paper FTP1/29.