Министерство энергетики Республики Казахстан

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ   
НА ПРАВЕ ХОЗЯЙСТВЕННОГО ВЕДЕНИЯ

«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЯДЕРНЫЙ ЦЕНТР РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН»

(РГП НЯЦ РК)

УДК 621.039.6; 533.9.08; 621.039.66

МРНТИ 29.27.51; 44.33.33; 29.19.16

Рег. № 0120РК00311

Инв. №

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор РГП НЯЦ РК,

д.ф.-м.н., профессор

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_Э.Г. Батырбеков

«\_\_\_»\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_2020 г.

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

Исследование формирования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама при плазменном облучении

(промежуточный)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Руководитель НИР, первый заместитель директора филиала «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, PhD | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | В.В. Бакланов |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Отв. исполнитель, инженер лаборатории испытаний материалов в условиях термоядерного реактора | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Ғ.Қ. Жанболатова |

Курчатов 2020

**Список исполнителей**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Руководитель НИР, первый заместитель директора филиала «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, PhD | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | В.В. Бакланов  (введение, разделы 1, 2, подразделы 1.1, 2.1, 2.2, 2.3, заключение) |
| Отв. исполнитель, инженер лаборатории испытаний материалов в условиях термоядерного реактора | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Ғ.Қ. Жанболатова  (введение, разделы 1, 2, подразделы 1.1, 2.1, 2.2, 2.3, заключение) |
| Исполнители: |  |  |
| Инженер лаборатории радиационного материаловедения | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Н.А. Оразғалиев  (подраздел 2.3) |
| Начальник группы лаборатории испытаний реакторного топлива | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Н.А. Сулейменов  (раздел 1) |
| Научный сотрудник лаборатории радиационного материаловедения | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Е.А. Кожахметов  (подраздел 2.3) |
| Нормоконтроль | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись, дата | Г.В. Сургутанова |
|  |  |  |

**РЕФЕРАТ**

Отчет 27 с., 5 рис., 2 табл., 27 источ., 1 прил.

ТЕРМОЯДЕРНАЯ ЭНЕРГЕТИКА, ИТЭР, ТОКАМАК, КТМ, ДИВЕРТОР, ПЛАЗМА, ПЛАЗМЕННО-ПОВЕРХНОСТНОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ, ВОЛЬФРАМ, КАРБИДИЗАЦИЯ, КАРБИД ВОЛЬФРАМА

Объект исследования: процесс образования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения.

Цель НИР на 2020 год: обзор технической литературы по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения.

Методы исследования: проведение теоретического анализа процесса образования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения; пробоподготовка.

Результаты работы:

* проведен теоретический анализ литературы по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения,
* определены условия проведения экспериментальных работ на плазменно-пучковой установке,
* выполнены работы по подготовке образцов к проведению экспериментальных работ на плазменно-пучковой установке.

Область применения: результаты исследования процесса образования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения могут применяться для разработки технологии нанесения покрытий.

**РЕФЕРАТ**

Есеп 27 бет, 5 сур., 2 кесте, 27 көздер, 1 қосымша.

ТЕРМОЯДРОЛЫҚ ЭНЕРГЕТИКА, ИТЭР, ТОКАМАК, КТМ, ДИВЕРТОР, ПЛАЗМА, ПЛАЗМА-БЕТТІК ӨЗАРА ӘРЕКЕТТЕСУ, ВОЛЬФРАМ, КАРБИДИЗАЦИЯ, ВОЛЬФРАМ КАРБИДІ

Зерттеу нысаны: плазмалық сәулелену кезінде вольфрам бетінде карбидталған қабаттың түзілу процесі.

2020 жылға арналған ҒЗЖ мақсаты: плазмалық сәулелену кезінде вольфрам бетінде карбидталған қабаттың түзілу туралы техникалық әдебиеттерге шолу өткізу.

Зерттеу әдістері: плазмалық сәулелену кезінде вольфрам бетінде карбидталған қабаттың түзілу процесін теориялық талдау.

Жұмыстың нәтижелері:

* плазмалық сәулелену жағдайында вольфрам бетінде карбидталған қабаттың пайда болуы туралы әдебиеттерге теориялық талдау жасау,
* плазмалық-шоқтық қондырғыда эксперименттік жұмыстар жүргізу шарттары анықталды,
* плазмалық-шоқтық қондырғыда эксперименттік жұмыстар жүргізу үшін үлгілерді дайындау бойынша жұмыстар орындалды.

Қолдану саласы: плазмалық сәулелену кезінде вольфрам бетінде карбидталған қабаттың түзілу процесін зерттеу нәтижелерін жабу технологиясын жасау үшін қолдануға болады.

**СОДЕРЖАНИЕ**

ВВЕДЕНИЕ 7

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ 9

1 Образование карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения 9

1.1 Физические и химические процессы, происходящие при поверхностной карбидизации вольфрама при плазменном облучении 11

2 Подготовка к проведению экспериментов 14

2.1 Описание установки 14

2.2 Условия проведения экспериментальных работ на ППУ 16

2.3 Подготовка образцов 17

ЗАКЛЮЧЕНИЕ 20

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ 21

ПРИЛОЖЕНИЕ А Календарный план 24

**ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ**

В настоящем отчете о НИР используются следующие сокращения и обозначения:

|  |  |
| --- | --- |
| КТМ | – Казахстанский термоядерный материаловедческий |
| ППУ | − плазменно-пучковая установка |
| ППР | − пучково-плазменный разряд |
| ТЯР | − термоядерный реактор |
| ЭЛП | − электронно-лучевая пушка |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

# ВВЕДЕНИЕ

В Республике Казахстан в поддержку международного проекта ИТЭР создан Казахстанский материаловедческий токамак КТМ. Одной из основных целей данной установки является исследование взаимодействия плазмы с кандидатными материалами ТЯР. Токамак КТМ является единственной мегаамперной установкой в мире с аспектным отношением А=2, что находится в пограничной области между сферическими и классическими токамаками. Другой отличительной особенностью токамака КТМ является наличие диверторного стола, предназначенного для замены диверторных пластин без нарушения высокого вакуума [1].

В поддержку создания и эксплуатации токамака КТМ для испытаний маломасштабных образцов материалов и оборудования КТМ специалистами филиала «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК совместно с Национальным исследовательским ядерным университетом «МИФИ» РФ разработан имитационныйстенд с ППУ [2], [3]. В рамках реализации республиканской научно-технической программы в филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК на ППУ проводились работы по отработке методики образования карбидизированного слоя в виде WC и W2C плазменным методом. Эти исследования внесли серьезный вклад в изучение формирования новых фазовых состояний, как сопутствующего процесса при взаимодействии плазмы с поверхностью кандидатных материалов ТЯР [4].

Однако по-прежнему актуальными являются проблемы определения температуры поверхности образца вольфрама, при которой формируется карбидизированный слой в виде WC, W2C на поверхности вольфрама при плазменном облучении. Кроме того, актуальность данного исследования заключается в том, что в качестве защитного материала внутренней стенки разрядной камеры токамака КТМ используются графитовые пластины. Стоит предположить, что при проведении исследований воздействия плазмы на кандидатные материалы ТЯР на токамаке КТМ возможно распыление углерода, распространение его в плазму и в область диверторного стола, где будут расположены образцы кандидатных материалов ТЯР. В результате этого на поверхности исследуемых образцов могут формироваться карбидизированные слои [5]. Наличие карбидизированного слоя на поверхности будет оказывать влияние на физико-механические свойства кандидатных материалов ТЯР, что может внести изменения в экспериментальные данные по исследованиям взаимодействия плазмы с материалами [[5], [6]](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0920379600003471#BIB1). Образование карбидизированных слоев в условиях эксплуатации токамака КТМ до настоящего времени не исследовалось. Более того, не исследована зависимость формирования карбидизированных слоев в виде WC, W2C от температуры на поверхности вольфрама при плазменном облучении. Для эксплуатации токамака КТМ и получения корректных результатов необходимо заранее исследовать все возможные сценарии взаимодействия плазмы с поверхностью образцов кандидатных материалов ТЯР при проведении экспериментов.

Научная новизна работы заключается в том, что карбидизация поверхности вольфрама на имитационном стенде с ППУ является принципиально новым методом по специфике реализации способа нанесения покрытий, а также в получении новых экспериментальных данных о влиянии температуры поверхности вольфрама на формирование карбидизированного слоя.

Практическая значимостьработы состоит в том, что полученные результаты исследований позволят спрогнозировать возможность появления условий для формирования карбидов вольфрама на исследуемых образцах при эксплуатации токамака КТМ.

Работы по реализации проекта будут выполнены в соответствие с календарным планом, приведенным в Приложении А.

Целью НИР на 2020 год является обзор технической литературы по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения.

В рамках работ по проекту в отчетный период решались следующие задачи:

1. проведение теоретического анализа литературы по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения,
2. определение условий проведения экспериментальных работ на ППУ,
3. подготовка образцов к проведению экспериментов.

# ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

# 1 Образование карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения

Вопрос образования соединений вольфрама и углерода, а также взаимодействие их с плазмой первоначально изучался ввиду предполагаемого использования в качестве кандидатных материаов для дивертора ТЯР графита и вольфрама [7]–[9]. Присутствие данных материалов в качестве компонентов дивертора неизбежно приведет к получению соосажденных карбидизированных (W + C) слоев, что подтверждается многими исследованиями. Образование карбидизированных (W + C) слоев на вольфраме способствует увеличению содержания изотопов водорода в поверхностном слое вольфрама [10]–[12].

Для прогнозирования возможности формирования карбидов вольфрама на образцах при эксплуатации токамака КТМ необходимо исследовать образование карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения на маломасштабных установках.

В настоящее время существует представительное количество различных методов нанесения поверхностных покрытий в виде карбидов вольфрама [13]–[15], такие как распыление и реактивное распыление, химическое осаждение из паровой фазы, твердофазная реакция и ионно-лучевой синтез, методами плазменного напыления.

Магнетронное распыление – это метод физического осаждения из паровой фазы, заключающийся в нанесении тонких пленок на подложку с помощью распыления мишени в плазме магнетронного разряда. Источники для распыления часто используют магнетроны, которые используют сильные электрические и магнитные поля для удержания заряженных частиц плазмы близко к поверхности мишени для распыления. Напыление металлов и сплавов производят в среде инертного газа, как правило, аргона. В работе [16] слои W-C наносили магнетронным распылением на постоянном токе спеченной мишени из стехиометрического WC в аргоне при давлении 7⋅10-3 Торр при комнатной температуре и при 773 К. Образцы одной пластины, приготовленные при температуре подложки 773 К, использовали для дальнейших исследований влияния отжига. Отжиг проводился в температурном диапазоне 773–1673 К в различных смесях аргон / водород / пропан при одинаковом парциальном давлении с изменением времени экспозиции от 60 с до 20 мин. Отжиг в водороде приводил к обеднению С из-за реакции с углеводородами и небольшому усилению фазы W2C. Эту реакцию подавляли добавлением C3H8 в окружающую среду. Поликристаллические фазы карбида вольфрама были обнаружены при температурах отжига выше 1073 К. Пропан, разбавленный в окружающей среде отжига, стимулировал превращение вольфрам-углеродных слоев в стехиометрическую фазу WC.

Суть метода газофазного химического осаждения заключается в осаждении углеродных пленок из газовой фазы, имеющую углеродсодержащую компоненту, в результате химической реакции на поверхности подложки. Можно выделить три основных процесса, протекающих в ходе газофазного химического осаждения [17]:

* активация – образование активных радикалов,
* химическая кристаллизация – химическая реакция на поверхности подложки,
* переход углерода в газовую фазу.

В зависимости от способа активации газовой фазы метод газофазного химического осаждения может быть реализован несколькими способами [17]:

* метод газофазного химического осаждения с активацией горячей нитью,
* химическая транспортная реакция,
* осаждение в газовой среде, активированной тлеющим разрядом постоянного тока,
* плазменно-химическое осаждение из газовой фазы и др.

В работе [18] для образования тонкой пленки WC на подложке из нержавеющей стали использовался метод газофазного химического осаждения с активацией горячей нитью. В качестве источника пара использовалась вольфрамовая нить, нагретая до 2073 К. Осаждение углеродных пленок проводилось в реакционной камере, наполненной смесью аргона и метана в определенном соотношении при давлении 10-5 Торр. Подложка из стали, была предварительно протравлена спиртом, ацетоном и деионизированной водой и нагревалась до 873 К. Расстояние между нитью и подложкой составляло 1 см. По истечении времени реакции (t = 120 с) камеру охлаждали до комнатной температуры в токе аргона.

Метод плазменного химического осаждения из паровой фазы считается одним из эффективных методов, так как осаждение можно проводить при довольно низкой температуре плазмы. Плазменный процесс состоит из трех основных стадий [17], [19]:

* генерация плазменной струи,
* ввод распыляемого материала в плазменную струю, его нагрев и ускорение,
* взаимодействие плазменной струи и расплавленных частиц с основанием.

Плазма сама по себе действует как катализатор химической реакции, и ионизированные частицы могут преимущественно управляться электрическими полями и оседать на подложках. Это довольно медленный процесс, но степень однородности и коэффициент прилипания поверхности высоки. В методе плазменного химического осаждения из газовой фазы для образования свободных радикалов реакционного газа используют микроволновую плазму, высокочастотную плазму, газоразрядную плазму.

В результате проведенного анализа литературы видно, что на образование карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения влияют такие параметры как температура поверхности, время экспозиции, вид плазмообразуюшего газа.

# 1.1 Физические и химические процессы, происходящие при поверхностной карбидизации вольфрама при плазменном облучении

Взаимодействие плазмы с поверхностью материалов является важным направлением исследований в области развития управляемого термоядерного синтеза, а также лежит в основе многочисленных технологических процессов, связанных с модификацией поверхности материалов для улучшения прочностных, антикоррозионных свойств и т.д. Поверхность, обращенная к плазме, подвергается воздействию ионов, электронов, нейтральных атомов, молекул и их фрагментов в различных состояниях возбуждения, а также электромагнитного излучения.

При взаимодействии ионов с поверхностью возможны следующие виды процессов: обратное рассеяние иона атомом или группой атомов; атомная и внутренняя дислокация; физическое распыление, т.е. удаление с поверхности атомов при передаче большого импульса иона; отражение ионов от поверхности в виде нейтральных частиц в результате оже-нейтрализации; вторичная ион-электронная эмиссия; адсорбция; образование на поверхности новых химических соединений, что имеет отражение в данной работе. Некоторые элементарные процессы при взаимодействии плазмы с поверхностью твердого тела показаны на рисунке 1**.**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| 1 – химические реакции; 2 – изменение топографии поверхности; 3 – сорбция атомов и ионов; 4 – дефектообразование;  5 – имплантация; 6 – десорбция;  7 – распыление;  а) на поверхности и в приповерхностной зоне | I – первичные ионы;  II – вторичные ионы; III – вторичные электроны; IV – распыляемые частицы  б) у поверхности |
| Рисунок 1 – Элементарные процессы при взаимодействии плазмы с поверхностью твердого тела [20]–[22] | |

Вероятность каждого из процессов зависит от свойств ионов, попадающих на поверхность: масса, величина заряда, скорость движения ионов и угол столкновения с поверхностью. Немаловажную роль в таких процессах играет состав, температура, физико-энергетические свойства и топография поверхностного слоя материала.

Прежде чем исследовать более сложные процессы (например, влияние карбидизиррованных слоев на удерживание и высвобождение водорода), необходимо понять фундаментальные процессы взаимодействия между С и W (рисунок 2).

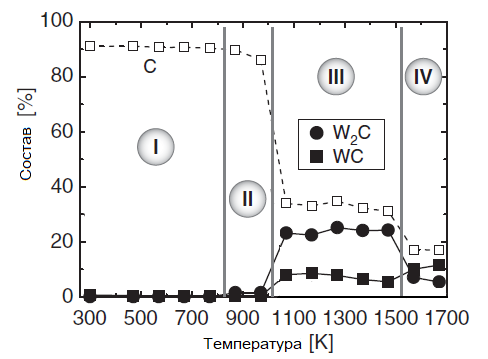


Рисунок 2 – Взаимодействие углеродных пленок с вольфрамовыми поверхностями [23]

В работе [23] исследована реакция углеродных пленок на вольфрамовых подложках. На рисунке 2 выделены 4 области взаимодействия углерода с поверхностью вольфрама в зависимости от температуры поверхности. В области (I) карбид не образуется, и наблюдается только уменьшение интенсивности пика C с температурой поверхности. В области (II), соответствующей температурному диапазону 800–1000 К, начинается диффузия С в подложку W с образованием полукарбида вольфрама W2C. Область (III) на температурной диаграмме характеризуется постоянным количеством C. W2C доминирует, хотя концентрация WC немного увеличивается по сравнению с областями (I) и (II). Область (III) распространяется приблизительно между 1000 К и 1470 К. При самых высоких температурах, соответствующих области (IV) диффузия углерода в вольфрам ускоряется, содержание W2C уменьшается, и WC становится доминирующим карбидным соединением.

По результатам литературного обзора установлено, что процесс образования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама при использовании вышеперечисленных методов реализуется в температурном диапазоне от 773 К до 2273 К при различном временном диапазоне.

# 2 Подготовка к проведению экспериментов

# 2.1 Описание установки

В качестве установки для исследования формирования карбидизированного слоя на поверхности вольфрамам, а также определения влияния темепартуры поверхности образца на это формировнаие использовался имитационный стенд с ППУ.

ППУ представляет собой пучково-плазменную установку с продольным магнитным полем, в котором генерация плазмы происходит за счет ППР, возникающего при прохождении электронного пучка через газ. К основным элементам ППУ относятся ЭЛП, камера откачки ЭЛП, газоразрядная камера ППР, электромагнитная система для создания продольного магнитного поля, вакуумная камера взаимодействия ППР с материалом с возможностью получения сверхвысокого предельного вакуума порядка   
10-8 Торр и диагностическая система [2].

Общий вид имитационного стенда с плазменно-пучковой установкой показан на рисунке 3.

Функционирование ППУ обеспечивается следующими системами [2]:

* вакуумной системой (системой откачки) и системой напуска газов в камеру ППР,
* электрической системой (для подачи напряжения к устройствам и механизмам, входящих в состав стенда таким, как ЭЛП, электромагнитная система, насосы вакуумной системы и др.),
* системой охлаждения элементов стенда теплоносителем,
* системой охлаждения сорбционно-геттерного насоса жидким азотом.

|  |
| --- |
|  |
| 1 – камера ЭЛП; 2 – ЭЛП; 3 – электромагнитные катушки; 4 – зонд Ленгмюра; 5 – камера ППР;  6 – камера взаимодействия |
| Рисунок 3 – Общий вид ППУ |

Принцип работы установки состоит в следующем. Электронная пушка формирует аксиально-симметричный электронный пучок. Электронная пушка, состоящая из термоэмиссионного катода в виде вольфрамовой таблетки, который подогревается косвенным накалом, и полого анода из молибдена, имеет предельное ускоряющее напряжение – 30 кВ и генерирует электронный пучок с током до 1 А. Мощность пушки регулируется мощностью подогрева катода.

Аксиально-симметричный электронный пучок фокусируется (сжимается/расширяется в поперечном сечении) и транспортируется продольным магнитным полем с индукцией 0,1 Тл. Система электромагнитной развертки электронного пучка позволяет регулировать диаметр пучка от 0,3 см до 3,0 см на мишень.

Автономная откачка пушки обеспечивает вакуумный перепад между пушкой и разрядной камерой. Генерация плазмы происходит в камере ППР при взаимодействии электронного пучка с рабочим газом, который вводится в камеру с помощью системы газонапуска. В качестве рабочих могут использоваться различные типы газов. С помощью системы газонапуска, вакуумных клапанов и диафрагм дифференциальной откачки можно управлять распределением плотности газа, что позволяет изменять рабочие режимы в широком диапазоне параметров.

Плазменный шнур свободно вытекает вдоль силовых линий магнитного поля из камеры ППР в камеру взаимодействия, в которой попадает на образец исследуемых материалов, размещенный на мишенном устройстве.

ППУ обеспечивает получение следующих параметров плазмы:

* максимальная величина тока в плазме 1 А,
* плотность плазмы в пучке до 1018 м-3 (Н2),
* электронная температура плазмы от 5 эВ до 15 эВ.

# 2.2 Условия проведения экспериментальных работ на ППУ

Для генерации плазмы на ППУ используется ППР. Пучково-плазменным разрядом принято называть явление, связанное с образованием плазмы при прохождении через газ достаточно мощного электронного пучка, причем концентрация и площадь поперечного сечения образующейся плазмы могут значительно (на несколько порядков) превышать концентрацию электронов и площадь поперечного сечения первичного пучка. Характерным для пучково-плазменного разряда является передача значительной энергии электронов пучка плазме, что реализуется при бесстолкновительном режиме распространения пучка и связано с коллективными взаимодействиями в системе плазма-пучок. По сравнению с другими типами разрядов основные характеристики ППР (плотность плазмы, ее состав и электронный энергетический спектр) можно варьировать в широком диапазоне, изменяя режим работы электронной пушки, а также распределение магнитного поля, состав и плотность рабочего газа.

В результате литературного обзора, для проведения экспериментальных работ по образованию карбидизированных слоев на ППУ в качестве плазмообразующего газа выбран метана (СН4), т.к. он является самым распространенным, недорогим в производстве и физиологически безвредным газом по сравнению с другими углеводородами.

В основе процесса получения карбида вольфрама лежит прямая реакция (1)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | *.* | (1) |

Процесс образования карбидизированного слоя на ППУ идет с участием углеводородов, образующихся при запуске СН4 в разрядную зону в результате ионизации электронным пучком. Особенности строения молекулы СН4 при взаимодействии с электронами приводят к довольно большому разнообразию возможных реакций: реакция (2) описывает процесс однократной ионизации, в результате которой образуется молекулярный ион, реакция (3а)–(3б) соответствуют процессам диссоциативной ионизации с образованием фрагментных ионов и нейтральных осколков, а реакция (4) соответствуют разложению СН4 [24].

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | , | (2) |
|  | , | (3a) |
|  | , | (3б) |
|  | . | (4) |

На основе анализа теоретических и экспериментальных работ были определены условия проведения экспериментальных работ на ППУ.

Условия проведения экспериментов для оценки влияния температуры поверхности вольфрамового образца на формирование карбидизированного слоя представлены в таблице 1. Выбор постояного значения времени экспозиции 600 с и 3600 с основывался на результатах экспериментов раннее проведенных в работе [25].

Таблица 1 – Условия проведения экспериментов на ППУ по образованию карбидизированного слоя

|  |  |
| --- | --- |
| Параметры | Значения |
| 1 | 2 |
| Давление рабочего газа, Торр | (1–1,5)∙10-3 |
| Энергия ионов, эВ | 500 |
| Температура поверхности образца, К | 1273; 1573; 1773; 1973 |
| Длительность облучения, с | 600; 3600 |

# 2.3 Подготовка образцов

Для исследования влияния температуры поверхности вольфрама на формирование карбидизированного слоя был выбран вольфрам марки ВЧ (вольфрам чистый без присадок) в виде прутка 10 мм. Химический состав вольфрама приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Химический состав вольфрамового прутка марки ВЧ [26]

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Марка вольфрама | Массовая доля вольфрама, % | Массовая доля примеси, % |
| 1 | 2 | 3 |
| ВЧ | не менее 99,92 | Al, Fe, Ni Si, Ca, Мо, в сумме не более 0,08 |

Изготовление испытательных образцов вольфрама включает в себя выполнение следующих задач: резка заготовки; подготовка торцевой поверхности вырезанных заготовок и получение исходных данных по геометрическим размерам и массам.

Из вольфрамового прутка вырезаются идентичные заготовки в форме таблеток толщиной 2,3–2,5 мм. Формы и размеры образцов определяются в зависимости от конструкции захвата для крепления образцов в мишенном узле с водоохлаждаемым коллектором. Основной функцией захвата крепления является предупреждение проскальзывания образцов и его деформации в местах крепления.

Схема по разделке образцов приведена на риснуке 4.

|  |
| --- |
| Пруток вольфрамовый |
| Заготовки |
| Рисунок 4 – Схема по разделке испытательных образцов вольфрама |

Работы по разделке вольфрамового прутка на заготовки проводятся проволочно-вырезным методом на электроэрозионном станке модели 4531. В качестве рабочей жидкости применяется дистиллированная вода. В процессе изготовление образцов с целью обеспечения точности и подбора режима резки изменяется величина межэлектродного зазора.

Подготовка торцевой поверхности вырезанных образцов осуществляется методами механической шлифовки и полировки на шлифовально-полировальном станке марки DualPrep-3, представленном на рисунке 5, с применением абразивной бумаги с зернистостью Р320-Р1200.

|  |
| --- |
| Описание: H:\IMG_9517.JPG |
| Рисунок 5 – Шлифовально-полировальный станок DualPrep-3 |

Измерение геометрических размеров (диаметр и толщина) подготовленных образцов выполняется с помощью электронного штангенциркуля Mitutoyo Digimatic (CD-8” ASX) с дискретностью измерения 0,01 мм. Масса образцов определяется на аналитических весах Mettler Toledo MS205DU с дискретностью показания 0,1 мг.

Для устранения наклепа, вызванного пластической деформацией, который возникает в процессе изготовления (волочения) прутков, а также изменений на поверхностном слое образцов, возникших в результате разделки вольфрамового прутка на заготовки, применяется рекристаллизационный отжиг.

Рекристаллизационный отжиг образцов осуществляется на ППУ в режиме электронного пучка, для этого запускается ЭЛП и электромагнитная система. С помощью электромагнитной системы развертки изменяется диаметр электронного пучка ППУ. Температура рекристаллизационного отжига (Тр.о.) рассчитана из соотношения (5) [27]

|  |  |
| --- | --- |
| Тр.о.= (0,3–0,4) Тпл, | (5) |

где Тпл – температура плавления вольфрама, которая составляет 1623 К.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

За отчетный период проведен теоретический анализ литературы по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения. В результате проведенного анализа литературы видно, что на образование карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения влияют такие параметры как температура поверхности, время экспозиции, вид плазмоообразуюшего газа. Установлено, что процесс образования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в различных методах реализуется в температурном диапазоне ~773–2273 К.

На основе анализа теоретических и экспериментальных работ были определены условия проведения экспериментальных работ на ППУ. В качестве плазмообразующего газа для проведения экспериментальных работ по образованию карбидизированных слоев на ППУ выбран СН4, т.к. он является самым распространенным, недорогим в производстве и физиологически безвредным газом по сравнению с другими углеводородами. Для оценки влияния температуры поверхности вольфрамового образца на формирование карбидизированного слоя на ППУ температура поверхности образца будет изменяться в пределах 1273–1973 К при времени экспозиции 600 с и 3600 с.

Для исследований по образованию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в условиях плазменного облучения был выбран вольфрам марки ВЧ (вольфрам чистый без присадок) в виде прутка 10 мм. Определены методы пробоподготовки образцов вольфрама, которые будут включать в себя: проволочно-вырезной метод разделки для заготовки образцов; механическую обработку торцевой поверхности вырезанных образцов; измерение геометрических размеров и массы.

Для устранения наклепа, вызванного пластической деформацией, а также изменений на поверхностном слое образцов, возникших в результате разделки вольфрамового прутка на заготовки определена температура рекристаллизационного отжига 1623 К с длительностью 3600 с. В качестве способа проведения рекристаллизационного отжига выбран ППУ в режиме электронного пучка.

# СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Tazhibayeva I.L. [et al.] KTM Experimental Complex Project Status // Fusion Science and Technology.– Vol.47.– 2005.– P. 746-750.
2. Патент РК № 2080. Имитационный стенд с плазменно-пучковой установкой / Колодешников А.А., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Туленбергенов Т.Р. [и др.]; заявитель и патентообладатель РГП НЯЦ РК.– № 2016/0108.2; заявл. 29.02.2016; опубл. 15.03.2017, Бюл. № 5.– 3 с.
3. Kurnaev V., Vizgalov I., Gutorov K., Tulenbergenov T., Sokolov I.,   
   Kolodeshnikov A., Ignashev V., Zuev V., Bogomolova I., Klimov N. Investigation of plasma-surface interaction at plasma beam facilities // Journal of Nuclear Materials.– 2015.– Vol.463.–P. 228-232.– <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.12.076>.
4. Патент РК № 34269. Способ получения карбидов вольфрама в плазменно-пучковом разряде / Скаков М.К., Соколов И.А., Батырбеков Э.Г., Туленбергенов Т.Р., Миниязов А.Ж.; заявитель и патентообладатель РГП НЯЦ РК.– № 2018/0846.1; заявл. 19.11.2018; опубл. 09.04.2020, Бюл. № 20.– 2 с.
5. Hino T., Hirano F., Yamauchi Y. Hydrogen retention and erosion of carbon-tungsten mixed material // Fusion Engineering and Design.– 2000.– Vol. 49-50.– Р. 213-216.
6. Nakamura K., Nagase A., Dairaku M., [Akiba](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022311594006059?via%3Dihub#!) M., Araki M., Okumura Y. Sputtering yields of carbon based materials under high particle flux with low energy // Journal of Nuclear Materials.– 1995.– Vol. 220-222.– Р. 890-894.
7. Bolt H., Barabash V., Federici G., Linke J., Loarte A., Roth J., Sato K. Plasma facing and high heat ﬂux materials-needs for ITER and beyond // J. Nucl. Mater.– 2002.– Vol.307.–   
   P. 43-52.
8. Youchison D., Gehrig M., Lumsdaine A., Klett J., Greuner H., Böswirth B. High heat-flux response of high-conductivity graphitic foam monoblocks // Fusion Engineering and Design.– 2019.– Vol.146.– P. 417-420.– <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2018.12.081>.
9. Humphry-Baker S.A., Smith G.D.W., Pintsuk G. Thermal shock of tungsten carbide in plasma-facing conditions // Journal of Nuclear Materials.– 2019.– Vol. 524.– P.239-246.– <https://doi:10.1016/j.jnucmat.2019.06.041>.
10. Psoda M., Rubel M., Sergienko G., Sundelin P., Pospieszczyk A. Material mixing on plasma-facing components: Compound formation // Journal of Nuclear Materials.– 2009.–   
    Vol. 386-388.– P. 740-743.
11. Rubel M. [et al.] Graphite-tungsten twin limiters in studies of material mixing processes on high heat flux components // J. Nucl. Mater.– 2000.– Vol. 283-287.–   
    P. 1089-1093.– <https://doi.org/10.1016/S0022-3115(00)00285-3>.
12. Coad P. [et al.] Overview of material re-deposition and fuel retention studies at JET with the Gas Box divertor // Nucl. Fusion.– 2006.– Vol. 46.– P. 350.– <https://doi.org/10.1088/0029-5515/46/2/018>.
13. Самсонов Г.В., Эпик А.П. Тугоплавкие покрытия.– 2-е изд., пер. и доп.– М.: Изд-во Металлургия, 1973.– С.400.
14. Michael B.Z., Jingguang G.C. Synthesis, characterization and surface reactivity of tungsten carbide (WC) PVD films // Surface Science.– Vol. 569.– P. 89-98.
15. Lofaja František, Kabátová Margita [et al.] Hybrid PVD-PECVD W-C:H coatings prepared by different sputtering techniques: The comparison of deposition processes, composition and propertiesи // Surface Coatings Technology.– 2019.– Vol. 375.– P. 839-853.
16. Romanusa H., Cimallaa V., Schaefera J.A., Spieûb L., Eckec G., Pezoldtc J. Preparation of single phase tungsten carbide by annealing of sputtered tungsten-carbon layers // Thin Solid Films.– 2000.– Vol. 359.– P. 146-149.
17. Choy K.L. Chemical vapour deposition of coatings // Progress in Materials Science.– 2003.– Vol. 48.– P. 57-170.
18. Azadeh Jafari, Vahid Fayaz, Sakineh Meshkani, S. Ali Asghar Terohid. Interaction between Plasma and Tungsten Carbide Thin Films Coated on Stainless Steel as Tokamak Reactor First Wall // Philippine Journal of Science.– Vol. 147.– P. 537-543.
19. Wu Y., Qiao P., Chong T., Shen Z. Carbon Nanowalls Grown by Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition // Adv. Mater.– 2002.– Vol. 14.– N. 1.– P. 64-67.
20. Власов В.В. Элементарные процессы в плазме газового разряда.– Х.: Изд-во ХНУ, 2008.– С. 175.
21. Мак-Даниель И. Процессы столкновений в ионизованных газах.– М.: Изд-во Мир, 1967.– С. 832.
22. Гусева М.И., Мартыненко Ю.В. Взаимодействие частиц плазмы с поверхностью / Итоги науки и техники. Сер. Физика плазмы. Т. 2.– М.: Изд-во ВИНИТИ, 1990.– С. 150-190.
23. Linsmeier Ch., Reinelt M., Schmid K. Surface chemistry of first wall materials – from fundamental data to modeling // Journal of Nuclear Materials.– Vol. 415.– Issue 1.–   
    P. S212-S218. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.08.056.
24. Павлов Б.А., Терентьев А.П. Курс органической химии.– 6-ое изд., стереотипное.– M.: Изд-во Химия, 1967.– С. 58.
25. Соколов И.А., Скаков М.К., Миниязов А.Ж., Туленбергенов Т.Р. Изучение процессов образования карбидов на поверхности дивертора термоядерного реактора // Вестник КазНАЕН.– 2019.– Вып. 1.– С. 44-49.
26. ГОСТ 23949-80. Электроды вольфрамовые сварочные неплавящиеся. Технические условия.– Переиздание сентябрь 2004.– М. : ИПК Издательство стандартов, 2004.
27. Бочвар А.А. Основы термической обработки сплавов: учеб. пособие для ВТУЗов.– 5-е изд. испр. и доп.– М.-Л.: Изд-во Металлургиздат, 1940.– С. 298.

# ПРИЛОЖЕНИЕ А

# Календарный план

