

АННОТАЦИЯ

диссертации на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 8D05301 – «Физика»

Жанболатовой Гайнии Қайырдықызы

Структурно-фазовые состояния вольфрама в результате карбидизации в пучково-плазменном разряде

Общая характеристика работы. Диссертационная работа посвящена исследованию структурно-фазовых состояний вольфрама после карбидизации разработанным методом карбидизации в пучково-плазменном разряде. В работе установлены основные закономерности влияния условий карбидизации на структурно-фазовые состояния вольфрама.

Актуальность темы исследования. Как известно, использование графита и углеродные волокнистые композиты (CFC) в качестве диверторного материала в течение многих лет позволило добиться значительного прогресса в увеличении длительности разрядов в токамаках, повышении температуры и плотности плазмы и в других направлениях. Однако, на сегодняшний день, полностью вольфрамовый дивертор является наиболее перспективным для использования в нескольких существующих и будущих токамаках, таких как JET, ASDEX Upgrade, WEST и ITER из-за высокой теплопроводности, высокой температуры плавления вольфрама (W) и низкого удержания трития в нем. Тем не менее, исследования последних лет показывают, что использование W для областей с высоким ионным и тепловым потоками не в полной мере решает проблемы, сопровождающие взаимодействие плазмы с поверхностью дивертора. Так, увеличение эрозии W при воздействии интенсивных ионных потоков, захват и удержание изотопов водорода (H) в W может привести к сокращению срока службы плазмообращенных компонентов термоядерных установок. Кроме того, еще одной проблемой при использовании полностью вольфрамового дивертора является вес диверторной кассеты, который оценивается в ~ 1000 кг и превышает предельный вес (800 кг) для дистанционного управления. Тем самым, не исключая полностью использование в качестве диверторного материала графит и CFC.

В ряде токамаков используются либо вольфрамовые покрытия, нанесенные на графит и углеграфитовые материалы, как например в японском токамаке JT-60SA, либо графитовые материалы без покрытия, как например в Казахском материаловедческом токамаке КТМ. Однако эрозия и перенос распыленных графита и углеграфитовых материалов приводят к одновременному облучению W изотопами H , ионами углерода (C) и молекулами углеводородов, что может привести к образованию карбида вольфрама (WC и W_2C). Более того, после проведения экспериментов с плазменным разрядом обнаружено, что на поверхности вольфрамового покрытия, нанесенного на графитовую подложку, образуются фазы WC и W_2C . При высокой температуре атомы C подложки диффундируют в вольфрамовое покрытие, в конечном итоге образуя карбид вольфрама.

Тем не менее, образование карбидизированных слоев на поверхности образцов кандидатных материалов термоядерных реакторов (ТЯР) в результате распыления С, распространения его в плазму и в область диверторного стола при эксплуатации токамака КТМ до настоящего времени не исследовалось. Для эксплуатации токамака КТМ и получения корректных результатов необходимо заранее исследовать все возможные сценарий взаимодействия плазмы с поверхностью образцов кандидатных материалов ТЯР при проведении экспериментов. Поэтому актуальность данной научной работы заключается в экспериментальном изучении процесса поверхностной карбидизации при плазменно-поверхностном взаимодействии, которое позволит спрогнозировать условий для формирования карбидов вольфрама на исследуемых образцах при эксплуатации токамака КТМ.

В данной диссертационной работе с целью изучения процесса поверхностной карбидизации при плазменно-поверхностном взаимодействии рассматривается метод карбидизации поверхности вольфрама с применением пучково-плазменного разряда (ППР). Хотя известны различные методы исследования взаимодействия углерода с вольфрамом и образования смешанных слоев, такие как магнетронное распыление, смешивание плазменных потоков вольфрама и углерода, химическое осаждение углерода из газовой фазы или испарение углерода при помощи электронно-лучевого испарителя. Однако, уникальность выбранного метода обусловлена тем, что ППР представляется оптимальным способом имитации периферийной плазмы токамаков для предварительного испытания обращенных к плазме конструкционных материалов в хорошо контролируемых условиях. Характерным для ППР является передача значительной энергии электронов пучка плазме, что реализуется при бесстолкновительном режиме распространения пучка и связано с коллективными взаимодействиями в системе плазма-пучок. ППР позволяет получать плазму на любых рабочих веществах и с уникальными свойствами. Поэтому для экспериментов по формированию карбидизированного слоя на поверхности вольфрама в качестве рабочего газа используется метан (CH_4). Анализ литературных данных показал, что данный газообразный метан в результате взаимодействия с электронным пучком разлагается на фрагменты, такие как H^+ , H^{2+} , C^+ , CH^+ , CH^{2+} , CH^{3+} и CH^{4+} , что позволяет имитировать условия локального переноса атомов углерода вдоль смачиваемых плазмой поверхностей за счет углеводородов.

Таким образом, тематика диссертационной работы обоснована и направлена на исследование структурно-фазовых состояний поверхности вольфрама при карбидизации с применением ППР.

Цель диссертационной работы – установить основные закономерности изменений структурно-фазовых состояний вольфрама в результате карбидизации в ППР.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. разработать метод карбидизации вольфрама в пучково-плазменном разряде и установить условия его реализации на плазменно-пучковой установке (ППУ);

2. определить температурно-временные параметры карбидизации вольфрама в ППР;

3. установить основные закономерности изменений структурно-фазовых состояний поверхности вольфрама в результате карбидизации в ППР.

Объектом исследования является вольфрам марки ВЧ (вольфрам чистый без присадок) после карбидизации на ППУ в среде метана.

Предметом исследования являются особенности формирования смешанного приповерхностного слоя на основе WC, W₂C и структурно-фазовые состояния вольфрама после карбидизации в ППР.

Методы исследования. В диссертационной работе для реализации экспериментальных работ по карбидизации вольфрама в ППР применялась ППУ. Для изучения структурно-фазовых состояний поверхности вольфрама после карбидизации в ППР были применены следующие методы экспериментального исследования: рентгеноструктурный анализ с использованием базы данных Crystallography Open Database и база данных PDF-2 ICDD Release 2004, сканирующая электронная и просвечивающая электронная микроскопии. В качестве диагностического набора для анализа плазмы применялись методы зондовой диагностики, оптической спектроскопии, масс-спектрометрии состава газа.

Научная новизна работы состоит в том, что впервые

– разработан метод карбидизации вольфрама в ППР и установлены условия его реализации на ППУ;

– изучены особенности процесса карбидизации в ППР и определены температурно-временные параметры карбидизации вольфрама в ППР;

– впервые описаны структурно-фазовые превращения в поверхностных слоях вольфрама и установлены их основные закономерности при карбидизации в ППР на ППУ.

Основные положения, выносимые на защиту:

– **Разработанный метод карбидизации поверхности вольфрама в пучково-плазменном разряде на ППУ.** Карбидизация поверхности вольфрама в пучково-плазменном разряде осуществляется в среде метана при подаче отрицательного потенциала на образец вольфрама 0,5 кэВ путем накопления и диффузии углерода в приповерхностной области при давлении рабочего газа $\sim(1-1,05) \cdot 10^{-1}$ Па и при температуре поверхности образца от 1000 °С до 1700 °С с длительностью облучения от 600 с до 3600 с.

– **Основные температурно-временные зависимости карбидизации вольфрама в ППР.** Эксперименты по карбидизации поверхности вольфрама в ППР при температуре от 700 °С до 1200 °С приводят к образованию углеродного покрытия в виде сплошной пленки. Образование WC зарегистрировано после экспериментов при температуре 1000 °С. Изменение температуры поверхности вольфрама в диапазоне от 1100 °С до 1400 °С приводит к одновременному

образованию карбидных фаз WC и W₂C. Основой фазового состава поверхности образцов после облучения при 1500 °С – 1700 °С становится W₂C. При температуре 1300 °С фазовый состав карбидизированного слоя зависит от длительности карбидизации. При температуре 1700 °С формирование W₂C в приповерхностной области вольфрама завершается независимо от продолжительности карбидизации. После карбидизации предварительно отожженных образцов наблюдается заметное увеличение содержания фазы WC и снижение содержания фазы W₂C относительно исходного вольфрама.

– **Структурно-фазовые превращения в поверхностных слоях вольфрама при карбидизации в ППР.** При температуре 1000 °С в фазовом составе образца кроме кубической фазы металлического W появляется фаза WC гексагональной плотноупакованной структуры. При температурах 1400 °С и выше из фазового состава пропадает фаза металлического W, свидетельствуя, что W полностью израсходован на образование карбидных фаз, которое протекает тремя разными способами: $W \rightarrow W_2C \rightarrow WC$, $W \rightarrow WC \rightarrow W_2C$, $W \rightarrow W_2C$, WC .

Практическая значимость

Полученные результаты экспериментальных исследований процесса поверхностной карбидизации с применением ППР позволят спрогнозировать условия для формирования карбидов вольфрама на исследуемых образцах при эксплуатации токамака КТМ, а также будут иметь практическое применение при формировании программ исследований взаимодействия плазмы с поверхностью образцов кандидатных материалов ТЯР на токамаке КТМ. Получен акт о внедрении результатов диссертационной работы в процедуру проведения научных и прикладных исследований в области взаимодействия плазмы с поверхностью материалов в филиале ИАЭ НЯЦ РК. Полученные результаты экспериментальных исследований также вошли в сборник трудов НЯЦ РК «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на Казахском Материаловедческом Токамаке КТМ. Под общей редакцией Батырбекова Э.Г., Скакова М.К. ISBN 978-601-06-7964-1 2021 – 172 с : ил.168, Курчатов, Филиал «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр РК» Министерства энергетики РК, 2021 г.».

Личный вклад автора

Постановка цели и задач диссертационного исследования, обсуждение полученных результатов, и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами. Личный вклад автора состоит в проведении аналитического обзора литературных данных и патентного поиска, в участии в разработке и реализации метода карбидизации с применением ППР, подготовке и проведении экспериментальных работ, анализе и обработке полученных экспериментальных данных, в проведении расчетных работ, исследовании закономерностей изменения состава приповерхностных областей при карбидизации вольфрама с применением ППР, эволюции морфологии и состава поверхности, а также в подготовке основных публикаций по теме диссертационной работы. Все экспериментальные работы проводились в

лабораториях отдела материаловедческих испытаний филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК в тесном сотрудничестве со специалистами.

Связь темы диссертационной работы с планами научно-исследовательских программ.

Значительная часть настоящей работы выполнена при финансовой поддержке Государственного учреждения «Комитет науки Министерства образования и науки Республики Казахстан» в рамках Договора №281 от 16.11.2020 года по теме «Исследование формирования карбидизированного слоя на поверхности вольфрама при плазменном облучении» на 2020-2021 гг. (AP08955992), а также часть работы выполнена в рамках научно-технической программы «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на казахстанском материаловедческом токамаке КТМ» (BR09158585) по теме 02.01.01. «Изучение физических процессов поверхностной карбидизации вольфрама».

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается корректностью, точностью и оригинальностью поставленных задач, взаимосогласующимися результатами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, масс-спектрологии, рентгеноструктурного анализа. Основные результаты диссертации опубликованы в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования МНВО РК, а также рецензируемых зарубежных научных журналах, входящих в базу данных Scopus и Web of Science.

Апробация результатов работы. Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на одиннадцати международных конференциях:

1. 14th International Conference «Gas Discharge Plasmas and Their Applications» GDP, (Tomsk, Russia, September 15-21, 2019);
2. XXIV Конференция взаимодействия плазмы с поверхностью (г. Москва, Россия, 4-5 февраля 2021 г.);
3. International online conference «Advanced manufacturing materials and research: new technologies and techniques AMM&R2021» (Ust-kamenogorsk, Kazakhstan, 2021, February 19);
4. 15th International Conference «Gas Discharge Plasmas and Their Applications»; GDP, (Tomsk, Russia, September 5-10, 2021);
5. IX международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала» (г. Курчатов, Казахстан, 07-09 сентября 2021 г.);
6. III международный научный форум «Ядерная наука и технологии», посвященный 30-летию Независимости Республики Казахстан (г. Алматы, Казахстан, 20-24 сентября 2021 г.);
7. 10th International Conference on Nanomaterials and advanced energy storage systems (INESS-2022), (Astana, August 4-6, 2022);
8. Международная научно-практическая конференция «Увалиевские чтения-2022», (г. Усть-Каменогорск, Казахстан, 16-17 сентября, 2022 г.)

9. 32nd Symposium on Fusion Technology (SOFT2022), (Dubrovnik, Croatia, 18th – 23rd September 2022).

10. International Conference “ABDILDIN READINGS”, (Almaty, Kazakhstan, April 12 - 15, 2023)

11. XXIV Конференция взаимодействия ионов с поверхностью (г. Ярославль, Россия, 21-24 августа 2023 г.);

12. X международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала» (г. Курчатов, Казахстан, 12-14 сентября 2023 г.).

А также на трех конференциях-конкурсах:

1. XIX Конференция-конкурс НИОКР молодых ученых и специалистов РГП НЯЦ РК, Национальный ядерный центр РК (г. Курчатов, Казахстан, 29 сентября - 1 октября 2020 г.);

2. XX Конференция-конкурс НИОКР молодых ученых и специалистов РГП НЯЦ РК, Институт атомной энергии НЯЦ РК (г. Курчатов, Казахстан, 6-8 октября 2021 г.);

3. XXI Конференция-конкурс НИОКР молодых ученых и специалистов РГП НЯЦ РК, Институт атомной энергии НЯЦ РК (г. Курчатов, Казахстан, 12-14 октября 2022 г.).

Кроме того, основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры физики, на объединенных научных семинарах факультета естественных наук и технологий и Научно-техническом совете НАО «ВКУ имени С. Аманжолова», а также на Научно-технических советах РГП НЯЦ РК и филиала «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК.

Публикации. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 18 печатных работах, из них: 3 статьи в журналах индексируемых в базе данных Scopus и Web of Science, 3 статьи в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных Комитета по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования МНВО РК.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех разделов, заключения и списка использованных источников. Работа изложена на 108 страницах, содержит 60 рисунков, 9 таблиц и список использованных источников из 168 наименований.