

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

**Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Новосибирский национальный исследовательский государственный
университет» (Новосибирский государственный университет, НГУ)**

Физический факультет

**Квалификационная работа на соискание
степени бакалавра**

Кафедра физики плазмы

Васильев Александр Александрович

Название работы:

**Термодесорбционный анализ изотопов водорода на поверхности мишеней,
облученных потоками плазмы**

Научный руководитель:

к. ф.-м. н. Шошин Андрей Алексеевич

Новосибирск – 2012 год

Содержание

1. Введение и постановка задачи	3
2. Теоретическая часть и методика	4
3. Экспериментальная часть	
3.1. Установка ГОЛ-3	12
3.2. Станция ТДА	14
4. Результаты и их обсуждение	18
5. Выводы и заключения	22
6. Список литературы	23

1. Введение

Современная человеческая цивилизация очень сильно зависит от различных источников энергии. Трудно представить нашу жизнь без каких-либо энергопотребляющих приборов. Но промышленность, транспортная инфраструктура и другие отрасли нашего общества каждый день используют все большее и большее количество энергии. С другой стороны, количество традиционно используемых природных энергоресурсов, таких как уголь, нефть и газ, убывает с каждым днем. При этом скорость их восстановления безусловно не может восполнить то, что расходует человек. Именно поэтому так важно найти альтернативные источники энергии. Одним из них способен стать так называемый управляемый термоядерный синтез (УТС), основанный на слиянии легких ядер в более тяжелые с выделением большого количества энергии. УТС возможен только в очень нагретом веществе – плазме, т.к. для него необходимо преодолеть силы кулоновского отталкивания между ядрами. Но с другой стороны, управляемый термоядерный синтез сложно осуществить. Одна критических задач в области УТС – взаимодействие плазмы и материала стенки реактора – наиболее остро встала на примере токамака ИТЭР – экспериментального прототипа термоядерного реактора на основе DT-реакции. При облучении дейтерий-тритиевой плазмой материалов возможно накопление радиоактивного трития. На площадке ИТЭРа лицензией разрешено 700 грамм трития, и в случае превышения разрешенного значения потребуются остановка на очистку или полное закрытие установки. Задача данных исследований – определение параметров сорбции изотопов водорода (энергии активации, порядок десорбционной кинетики, предэкспоненциальный множитель, полный выход) на поверхности материалов стенки термоядерного реактора после облучения потоками дейтериевой плазмы.

Данное исследование является частью совместного проекта ИЯФ СО РАН с Исследовательским центром Юлих (Германия) по изучению взаимодействия плазмы с материалами термоядерного реактора.

2. Метод термодесорбционного анализа

Метод термодесорбционного анализа (ТДА) является наиболее прямым методом получения информации о концентрации адсорбированных частиц и энергии связи на поверхности. В основе метода лежит явление испарения в вакуум адсорбированных газов с поверхности материала. В простейшем варианте метода ТДА информацию о процессах десорбции получают из анализа зависимостей давления в замкнутом объеме от температуры образца.

В большинстве опытов в качестве парциальных манометров применяют масс-спектрометры. Они позволяют не только контролировать чистоту исследуемых газов, но также продвинуться в область изучения адсорбции смесей газов и регистрировать потоки конденсирующихся веществ и радикалов. Масс-спектрометры обладают высокой чувствительностью и при использовании в методе ТДА обеспечивают регистрацию до 10^{-5} монослойного покрытия адсорбата, десорбирующегося в виде конденсирующегося вещества при площади поверхности адсорбента $\sim 1 \text{ см}^2$.

При рассмотрении феноменологической теории метода ТДА следует различать диффузионный и кинетический режимы газовой выделения.

Диффузионный режим обычно наблюдается в области самодиффузии собственных ионов решетки и при объемном начальном распределении адсорбированного вещества. В этом случае процесс газовой выделения описывается решением уравнений Фика с учетом соответствующих начальных и граничных условий, а также геометрии образца. Наличие зависимости коэффициента диффузии от температуры усложняет математический аппарат. Обычно полагают, что температурная зависимость коэффициента диффузии может быть описана уравнением Аррениуса:

$$D = D_0 \cdot e^{-E/RT} \quad (1)$$

где D_0 – предэкспоненциальный множитель, E – энергия активации диффузии, R - газовая постоянная, T – температура. В режиме линейного нагревания температура увеличивается по закону:

$$T = T_0 + bt$$

где T - температура образца, T_0 - начальная температура, b - скорость увеличения температуры (град/мин), t - время нагревания (мин). Тогда временную зависимость коэффициента диффузии можно представить в виде:

$$D(t) = D_0 e^{-E/R(T_0+bt)}$$

Для получения зависимости потока от времени нет необходимости в специальном решении исходных дифференциальных уравнений с учетом временной зависимости коэффициента диффузии: можно воспользоваться готовыми выражениями для постоянного коэффициента диффузии (полученными при соответствующих краевых условиях), заменив в них все D на $D(t)$ по уравнению (1), а все произведения - на $\tau_{и}$ (так называемое интегральное время):

$$\tau_{и} = Dt = \int_0^t D(\tau) d\tau = \int_{T_0}^T D(\theta) d\theta$$

где T_0 – начальная температура, T – текущая температура, θ – переменная интегрирования. В режиме линейного увеличения температуры:

$$\tau_{и} = \frac{D_0 E}{bR} \left\{ -\frac{\exp(\tau)}{\tau} + E_i(\tau) \right\} \Big|_{\tau = -\frac{E}{RT_0}}^{\tau = -\frac{E}{R(T_0 + bt)}} \quad (2)$$

К сожалению, зависимость (2) не может быть представлена в аналитическом виде и интегрально-показательную функцию $E_i(\tau) = \int_{-\infty}^{\tau} \frac{\exp(t)}{t} dt$ находят, используя табулированные значения для различных величин E и b . Для $|\tau| > 1$:

$$\tau \cong \frac{D_0 R}{bE} \left(T^2 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) - T_0^2 \exp\left(-\frac{E}{RT_0}\right) \right)$$

В случае сферы радиуса r_0 с равномерным распределением адсорбата поток газа из образца в режиме линейного нагревания имеет вид:

$$J = \frac{2C_0 S D}{r_0} \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \tau_{и}}{r_0^2}\right) \quad (3)$$

где N_0 – концентрация в начале нагрева, S – площадь поверхности сферы. То же самое в нормированном виде:

$$j = \frac{6D_0}{br_0^2} \exp\left(-\frac{E}{R(T_0 - bt)}\right) \sum_{n=1}^{\infty} \left(-\frac{n^2 \pi^2 \tau_{и}}{r_0^2}\right)$$

Как следует из уравнения (3), поток газа из образца по мере роста температуры описывает максимум, асимметрично расширенный в сторону низких температур.

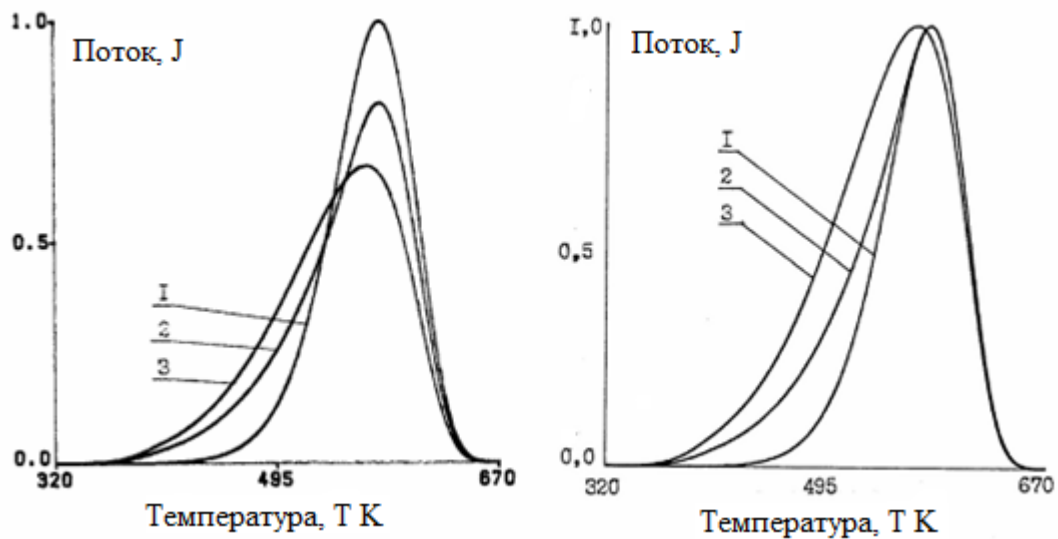


Рис 1 — Теоретические кривые термостимулированной десорбции в режиме линейного нагрева. а) Нормировка на площадь пика; б) Нормировка на высоту пика. 1 - кинетический режим; 2 - диффузия из пластины с равномерным распределением адсорбированного газа, 3 – то же самое из сферы.

На рис. 1 приведены кривые газовыделения при линейном нагревании, рассчитанные для образцов различных геометрий (пластина, сфера) и различных механизмов диффузии (объемная диффузия и кинетический режим диффузии). Видно, что геометрия образца сказывается сильнее всего на низкотемпературном участке пика. При одних и тех же значениях параметров диффузии и размеров образца максимальная скорость газовыделения из сферы достигается при более низкой температуре, пик шире и симметричнее, чем при выделении из образцов других геометрий.

На форму пиков ТД-спектра существенное влияние оказывает функция распределения адсорбата по толщине образца: равномерное распределение, описываемое функциями $\exp(-x)$ или $x \cdot \exp(-x)$, в виде плоского источника, замурованного на некотором расстоянии от поверхности. При диффузии из полуограниченного твердого тела для обработки результатов можно воспользоваться формулой [5]:

$$E/T_M = A + 4,6 \cdot \lg \left(T_M / B^2 b \right) + 4,6 \cdot \lg \left(k_0 / 10^{15} \right) \quad (4)$$

где E – энергия активации десорбции в ккал/моль, b – скорость нагрева в град/мин, $k_0 = D_0/d^2 \text{ с}^{-1}$, d – постоянная решетки, T_M – температура пика газовыделения. Коэффициенты A и B для различных начальных распределений адсорбированного вещества приведены в табл.1.

Таблица 1 — Коэффициенты A и B для расчетной формулы (4) [5]

Начальные условия	A для $\partial J/\partial T=0$	B (в единицах d)
Плоский источник	69,5	\bar{R}
Распределение $x \cdot \exp(-x)$	68,3	\bar{R}
Распределение $\exp(-x)$	67,5	\bar{R}
Равномерное распределение по сфере радиуса r_0	73,2	r_0
Кинетический режим	69,5	1

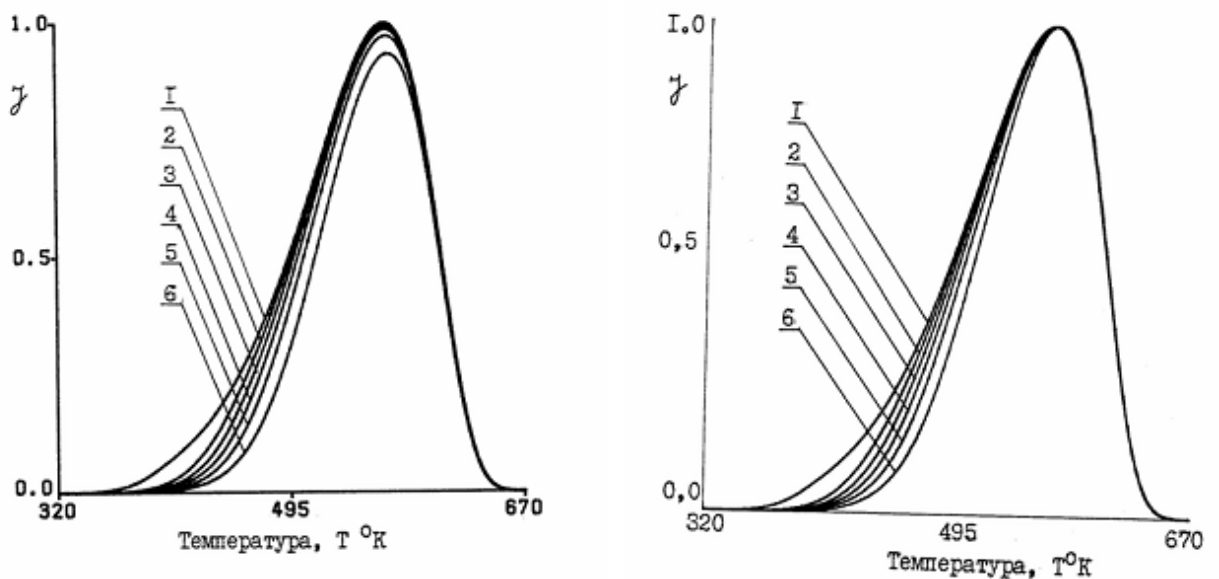


Рис. 2 — Влияние на ТДС-спектры предварительной дегазации образца

1 - время предварительной десорбции $t=\pi^2 D \Delta t/H^2=0$, 2 - 0,002, 3 - 0,005; 4 - 0,01, 5 - 0,02, 6 - 0,05 (H – полутолщина пластины или радиус сферы(цилиндра)). а) Нормировка на площадь пика; б) Нормировка на высоту пика

Отметим, что чем глубже расположен в начальный момент времени адсорбированный газ, тем при более высокой температуре происходит газовыделение (рис. 3 [6]). Кроме того, классическая форма линий ТД-спектра часто искажается из-за потери диффузанта при манипуляциях с образцом после адсорбции. На рис. 2 приведены кривые термостимулированного газовыделения из образцов первоначально с равномерным распределением адсорбированного газа, но затем подвергнутых диффузионному отжигу в течение определенного времени. Видно, что обеднение приповерхностного слоя образца приводит к изменению низкотемпературного участка ТД-спектра, причем по мере увеличения времени предварительной дегазации кривые стремятся к зависимости, характерной для кинетического режима диффузии.

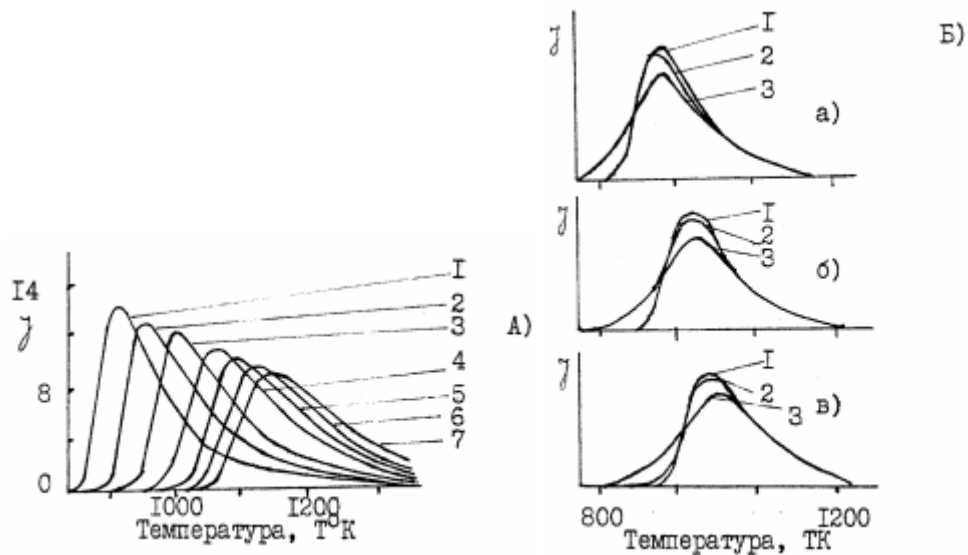


Рис. 3 — Влияние исходного распределения метки по глубине образца на форму ТД-спектра. А) Влияние глубины залегания монослоя газа ($E=2$ эВ, $b=20$ К/с, $k_0=10^{13}$ с $^{-1}$) 1 - глубина залегания метки - 5, 2 - 10, 3 - 20, 4 - 40, 5 - 60, 6 - 80, 7 - 100 постоянных решетки; Б) Гауссовское распределение метки по толщине образца ($E=2$ эВ, $b=20$ К/с, $k_0=10^{13}$ с $^{-1}$) Средняя глубина залегания метки $h=10$ (а), 20 (б), 30 (в) постоянных решетки, ширина концентрационного профиля $\delta= h/10$ (1), $h/5$ (2), $h/2$ (3)

Кинетический режим газовой выделения встречается при больших временах объемной диффузии (при больших долях газовой выделения $F \geq 80\%$, точнее - через время $\tau = t_0^2 / 4\pi^2 D$) ($F = M_t / M_\infty$, M_t и M_∞ - количества выделившегося газа в момент времени t и в конце эксперимента). Однако часто кинетический режим наблюдается в течение всего эксперимента. Подобное выделение газа характерно для десорбции с поверхности, диффузии в сильно дефектных средах, при начальном концентрировании адсорбата в тонком приповерхностном слое, в случае образцов с сильно развитой поверхностью, а также при наличии интенсивных твердофазных процессов: отжига дефектов, фазовых переходов, твердофазных реакции и др. В этом режиме газовой выделения практически не зависит от типа начального концентрационного профиля и геометрии.

В кинетическом режиме уравнение для 2-го закона Фика переходит в уравнение химической реакции первого порядка:

$$\frac{dC}{dt} = -k_D C$$

где $k_D = \frac{\pi^2 D}{d^2} d$ - величина диффузионного скачка (сравнима с постоянной кристаллической решетки), C - число атомов газа, оставшихся в образце к моменту времени t . Тогда поток газа из образца в режиме линейного нагрева описывается уравнением (3), в котором можно ограничиться первым членом ряда:

$$J = C_0 k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \exp\left(-k_0 t \int_{T_1}^{T_2} \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)\right)$$

Для больших значений энергий активации можно записать:

$$\ln\left(\frac{J_m}{J}\right) = \frac{E}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right) + \left(\frac{T}{T_m}\right)^2 \exp\left(-\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_m}\right)\right) - 1$$

Пики газовой выделения при наличии кинетического режима дегазации значительно уже и симметричнее пиков объемной диффузии. По мере роста энергии активации (или скорости нагрева) пики смещаются в высокотемпературную область, а при росте k_0 - в низкотемпературную область.

Для температуры максимальной скорости газовой выделения (T_M) можно записать следующее соотношение для диффузионных характеристик:

$$\frac{k_0}{\pi^2} = \frac{bE}{\pi RT_M^2} \exp\left(-\frac{E}{RT_M}\right)$$

где T_M - температура максимума газовой выделения. Для практических расчетов эти выражения удобно представлять в виде:

$$E = RT_M \left(\ln\left(\frac{k_0 T_M}{b}\right) - \ln\left(\frac{E}{RT_M}\right) \right)$$

В интервале $10^{13} > k_0/b > 10^8 \text{ K}^{-1}$ справедливо: $E/RT_M = \ln(k_0 T_M/b) - 3,64$.

Энергия активации десорбции практически линейно зависит от температуры пика. Для $k_0 = 10^{13} \text{ c}^{-1}$, что справедливо в большинстве практически важных ситуаций; $E \cong 70 T_M$. Длительность процесса газовой выделения $\Delta T_e = T_{-1/e} - T_{+1/e}$, где $T_{+1/e}$ и $T_{-1/e}$ - температуры, при которых поток в $e=2,71$ раз меньше максимального, на восходящих и нисходящих ветвях пика соответственно, можно оценить по формуле:

$$\Delta T_e = \frac{3RT_M^2}{Eb}. \text{ Для } k_0 = 10^{13} \text{ c}^{-1}: \Delta T_e = \frac{3RT_M}{70b}$$

Отметим, что при десорбции 1-го порядка ($n=1$), $\bar{C}_0/\bar{C}_M = e = 2,71$, \bar{C}_0 где и \bar{C}_M - средние концентрации адсорбата в образце при $T=T_0$ и $T=T_M$ соответственно. Энергию активации десорбции можно оценить по формуле: $E=2,71 \cdot J_M R T_M^2 \bar{C}_0/b$, а частотный множитель k_0 - по формуле $k_0=(2,71 J_M/\bar{C}_0) \exp(2,71 J_M T_M/\bar{C}_0 b)$. Начальную заселенность потенциальных ям адсорбатом найдем путем измерения площади пика:

$$\bar{C}_0 = \int_0^\infty J dt$$

Еще один способ анализа формы линии ТД-спектра основан на использовании отношения ширины пика, измеренных на различных высотах пика, или на измерении асимметрии пика. При этом вводятся такие понятия, как температура пика, T_M , ширина

пика на половине высоты $\Delta T = T_{+1/2} - T_{-1/2}$, $\delta^+ = T_{1/2} - T_M$ - высокотемпературный участок пика, $\delta^- = T_M - T_{-1/2}$ - низкотемпературный участок пика. В кинетическом режиме десорбции этим способом можно оценить порядок реакции, n , т.к. при $n=1$, $\Omega = \delta^+ / \delta^- = 0,42$, а при $n=2$, $\Omega = 0,52$ (почти симметричный пик)[7].

В ряде случаев кинетика дегазации оказывается осложненной процессами взаимодействия атомов газа друг с другом или с неоднородностями структуры твердого тела. Тогда кинетика выделения формально описывается кинетикой химической реакции n -го порядка. В этом случае следует записать:

$$-J = N^n \cdot C \cdot e^{-\frac{E}{kT}} \quad (5)$$

где N - концентрация адсорбированных частиц, C - предэкспоненциальный (энтропийный) множитель, определяющий характер изменения движения частиц при переходе из адсорбированного состояния в газовую фазу, E - энергия активации десорбции, k - постоянная Больцмана, T - температура поверхности, n - порядок десорбционной кинетики.

Если частицы десорбируются в результате диссоциации каких-то комплексов или в том виде, в котором они находятся на поверхности, то $n=1$ (неассоциативная десорбция). Если десорбции предшествует образование двухатомных молекул, то $n=2$ (ассоциативная десорбция). В некоторых случаях адсорбированные молекулы могут собираться на поверхности в объемные или плоские островки. Если процесс десорбции лимитируется скоростью отрыва частиц от краев островков, то скорость десорбции пропорциональна радиусу этих островков. Тогда $n=1/2$ для плоских и $n=1/3$ для объемных островков. Когда происходит послойное испарение твердого тела или когда при постоянном испарении пленки адсорбата на поверхности существует равновесие между островковой фазой адсорбата и поверхностным газом над островками и над голой поверхностью, скорость десорбции не зависит от концентрации адсорбированных частиц и $n=0$.

Из уравнения (5) следует, что график зависимости $\ln(J/N^n)$ от $1/T$, построенный с помощью экспериментальных кривых десорбции $\Delta p(t)$ и нагрева $T(t)$, при правильном выборе порядка десорбции n должен давать прямую, из наклона которой может быть вычислена величина E , а по величине, отсекаемой от оси ординат, - $\ln C$. Если энергия активации десорбции E зависит от концентрации адсорбированных частиц N , что наблюдается для большинства адсорбционных систем, то даже при правильном выборе параметра n зависимость $\ln(J/N^n)$ от $1/T$ нелинейна. В этом случае снимается серия кривых десорбции при различной скорости нагрева адсорбента и строятся графики

зависимости $\ln(J)$ от $1/T$ для данного значения концентрации N . Из наклона этих прямых можно определить величину E при заданном значении N . Из серии прямых $\ln J|_{N=\text{const}}$ от $1/T$ для различных N можно найти зависимость E от N . Такая процедура нахождения величин E , C и n из экспериментальных кривых десорбции возможна при любой произвольной зависимости температуры адсорбента T от времени нагрева t .

Если энергия активации десорбции E не зависит от концентрации адсорбированных частиц (например, при малой концентрации адсорбированных частиц по сравнению с концентрацией, соответствующей монослойному покрытию), процедура нахождения кинетических характеристик из кривых десорбции существенно упрощается при использовании линейного нагрева адсорбента, т.е. $T=a+bt$ или $1/T=a-bt$. В процессе нагрева вследствие десорбции концентрация N непрерывно уменьшается, а множитель $\exp(-E/(kT))$ в уравнении (5) растет с ростом T , поэтому скорость десорбции проходит через максимум. Энергия активации десорбции при известном порядке десорбции может быть вычислена путем измерения температуры T_m в максимуме скорости десорбции J_M .

Более точный метод определения энергии активации десорбции E и предэкспоненциального множителя C основан на вычислении наклонов графиков $\ln(b/T^2)$ от $1/T$ или $\ln J_M$ от $1/T$, причем в этом случае характеристики десорбции могут быть найдены без предварительных предположений о порядке десорбционной кинетики. Для этого необходимо получить серию кривых десорбций при различной скорости нагрева адсорбента dT/dt , которая для приемлемой точности определения E должна изменяться по крайней мере на два порядка величины.

3. Экспериментальная часть

3.1. Установка ГОЛ-3

Установка ГОЛ-3 в Институте ядерной физики СО РАН предназначена для нагрева и удержания термоядерной плазмы в многопробочном магнитном поле. Установка состоит из трех основных частей, показанных на Рис. 4: ускорителя У-2, 12-метрового соленоида (узла для создания сильного магнитного поля) и выходного узла(расширителя).

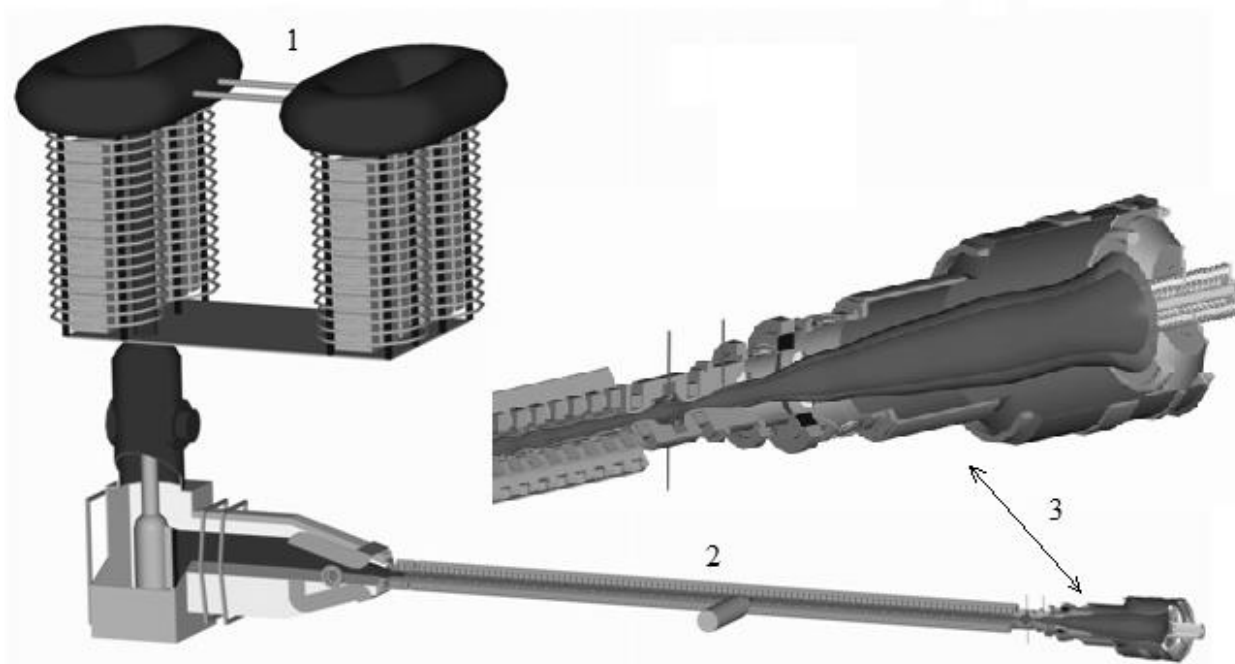


Рисунок 4 — Схема многопробочной ловушки ГОЛ-3. 1 – генератор РЭП У-2, 2 – основной соленоид, 3 – выходной узел.

Релятивистский электронный пучок, используемый в установке, создается ускорителем У-2. В нем электроны вытягиваются электрическим полем из взрывоэмиссионного катода и ускоряются напряжением около 1 МВ. При токе 50 кА мощность системы достигает 50 ГВт. При длительности пучка около 8 мкс в нем содержится до 200 кДж энергии.

В основном соленоиде при пролете пучка в дейтериевой плазме с плотностью $n=10^{20}-10^{22}$ частиц/см³ вследствие развития двухпоточковой неустойчивости возникает большой уровень микротурбулентности и пучок теряет до 40 % своей энергии, передавая ее электронам плазмы. Темп нагрева очень высокий: за 3-4 мкс плазменные электроны нагреваются до температуры порядка 2-4 кэВ. При этом время удержания горячей плазмы в ГОЛ-3 составляет до 1мс.

После пролета основного соленоида пучок попадает в выходной узел, который способен принять мощный пучок электронов, а также поток плазмы и при этом не

разрушиться. Для этого магнитное поле в выходном узле должно быть расходящимся, что раз в 50 уменьшает плотность энергии в пучке, а приемник пучка — графитовым. Наличие на выходе установки мощного плазменного потока позволяет проводить эксперименты по облучению материалов для термоядерных реакторов будущего, т.к. эти реакторы будут подвергаться такому высокому уровню тепловых нагрузок, достичь которого на других плазменных установках сегодня пока нереально.

Используемые в работе мишени представляют собой вольфрамовые пластинки размером 12x12x5 мм, полученные при помощи электроискровой резки (Рис. 5). Облучение мишеней производилось в выходном узле ГОЛ-3. Установка ГОЛ-3 позволяет получать нагрузки в диапазоне 0,3-30 МДж/м² за выстрел. Полученная нагрузка на мишени составила ~2 МДж/м² за выстрел с количеством выстрелов – 10.



Рисунок 5 — Внешний вид вольфрамовых мишеней.

3.2. Станция ТДА

Структурная схема станции термодесорбционного анализа показана на рис.6. Станция состоит из вакуумного поста, включающего в себя средства создания и контроля вакуума, узел нагрева образцов и масс-спектрометр, и стойки питания с набором блоков питания и управления, необходимых для обеспечения работы станции.

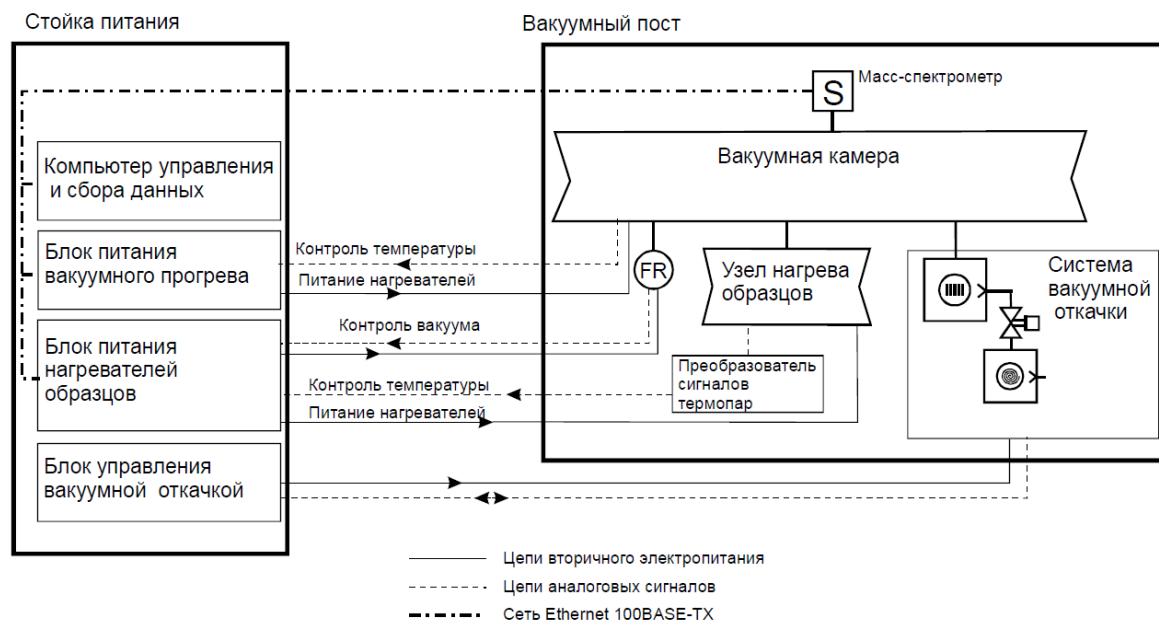


Рис 6 — Структурная схема станции термодесорбционного анализа.

Исследуемый образец помещается в узел нагрева образцов, представляющий собой вакуумную камеру, показанную на Рис. 7. Образец (1) находится в центре камеры на керамических трубках, служащих в качестве направляющих для всей конструкции и изоляции для токоведущих частей. Температура мишени измеряется при помощи хромель-алюмелевой термопары (4) и изменяется двумя графлексовыми нагревателями (2,3), причем один из них имеет в себе вырез для мишени, чтобы обеспечить ее фиксацию во время замены. Ток к нагревателям подводится по танталовым проводам сечения 2 мм^2 . Тантал используется из-за его высокой температуры плавления и хорошей адгезией с графлексом. В камеру ток вводится через вакуумные токовводы 2РМГ, приваренные к фланцу через дополнительную трубку. Такая конструкция позволила использовать сварку без риска повреждения стекла токоввода. Для уменьшения потерь тепла на излучение используются графлексовый (5), танталовые(6) и стальные(9) экраны. Вид внутренней части всей сборки показан на Рис. 8 и 9. Узел нагрева образцов соединен с вакуумной камерой

вакуумного поста с помощью вентиля, позволяющего проводить смену образцов без напуска воздуха в объем вакуумного поста.

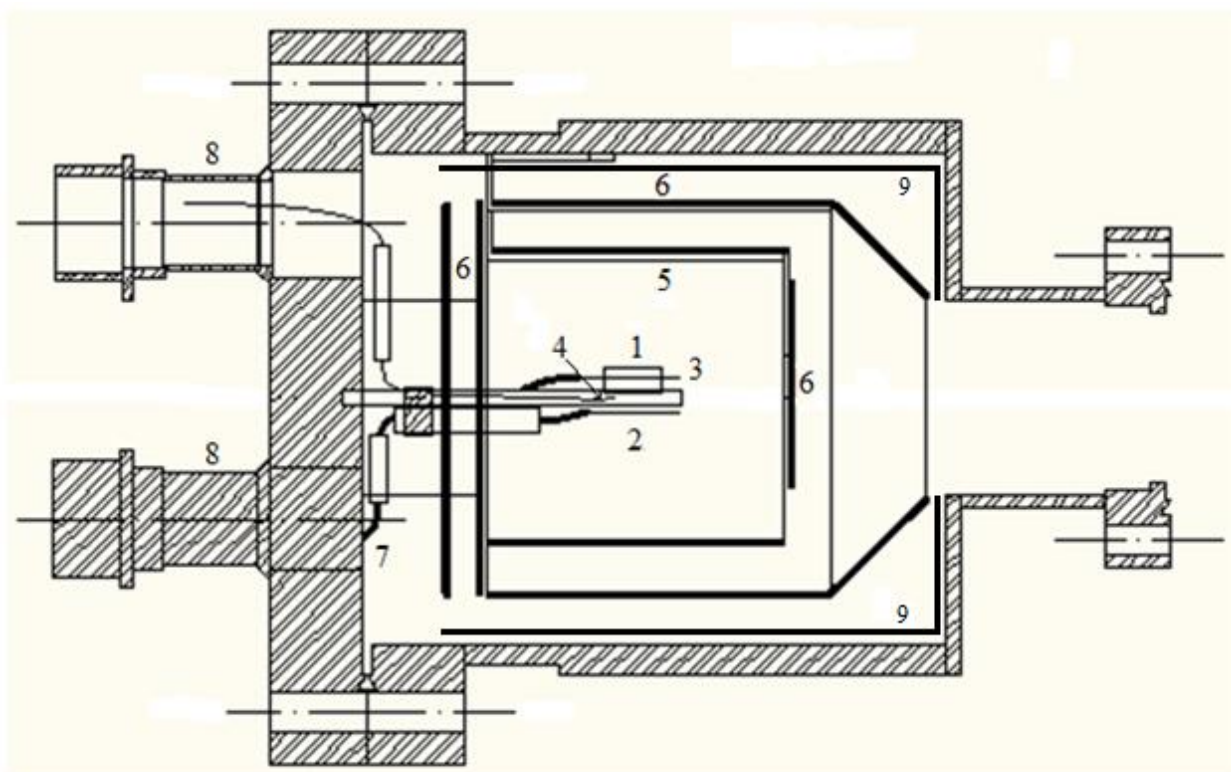


Рисунок 7 — Схема рабочего объема для ТДА. 1 – образец, 2 – графлексовый нагреватель, 3 – графлексовый нагреватель-рамка, 4 – термопара, 5 – графлексовый экран, 6 – танталовые экраны, 7 – танталовые токоподводы, 8 – вакуумные токовводы, 9 – экраны из нержавеющей стали.



Рисунок 8 — внешний вид внутренней части камеры для ТДА.

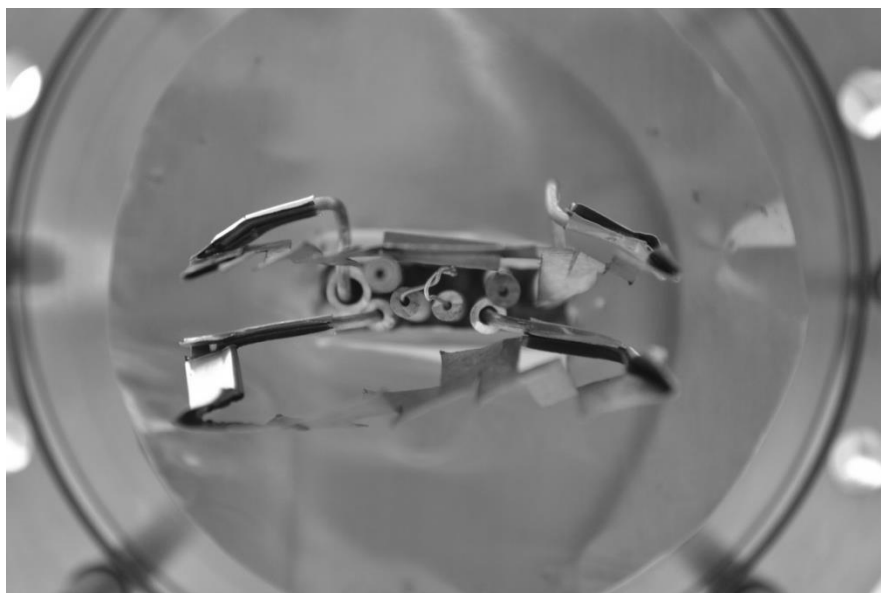


Рисунок 9 — внешний вид внутренней части камеры для ТДА.

При нагреве образцов термо-ЭДС термопар переводится в напряжение, пропорциональное температуре образца в преобразователе сигналов термопар (ОВЕН ТРМ-201). Этот же преобразователь осуществляет визуальную индикацию температуры образца. Напряжение, пропорциональное температуре, измеряется блоком питания нагревателей образцов (БПНО) и используется в системе обратной связи для поддержания требуемой температуры.

БПНО содержит два управляемых источника тока с током до 30 А и мощностью до 800 Вт (ЭЛИМ EL-AS27-300А), используемых для питания графлексовых нагревателей. Кроме того, БПНО обеспечивает питание и измерение сигналов с двух вакуумметров PFEIFFER PKR261. Управление блоком осуществляется с компьютера по сети Ethernet 100Base-TX через установленный в блоке контроллер ввода-вывода ADAM-6024.

Схема вакуумного поста показана на рис. 10. Пост состоит из двух соединенных высоковакуумных объемов С1 и С2, прогреваемых до температуры 300 °С и вспомогательного объема С3, прогреваемого до температуры 150 °С. К высоковакуумным объемам пристыкован узел нагрева образцов, масс-спектрометр Pfeiffer Prisma QMG220 и магниторазрядный вакуумметр Pfeiffer PKR261. Откачка поста производится с помощью турбомолекулярного насоса Shimadzu TMP-203 с форвакуумным спиральным насосом Anest Iwata ISP-250.

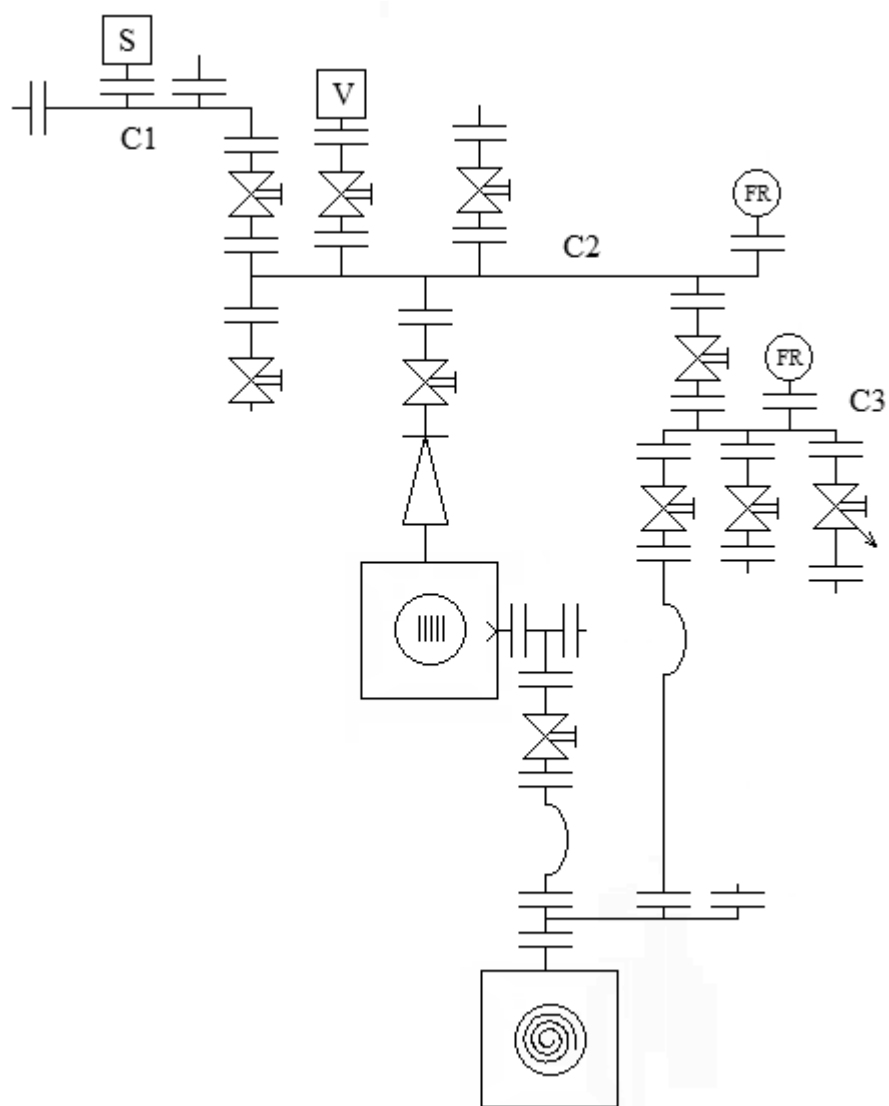


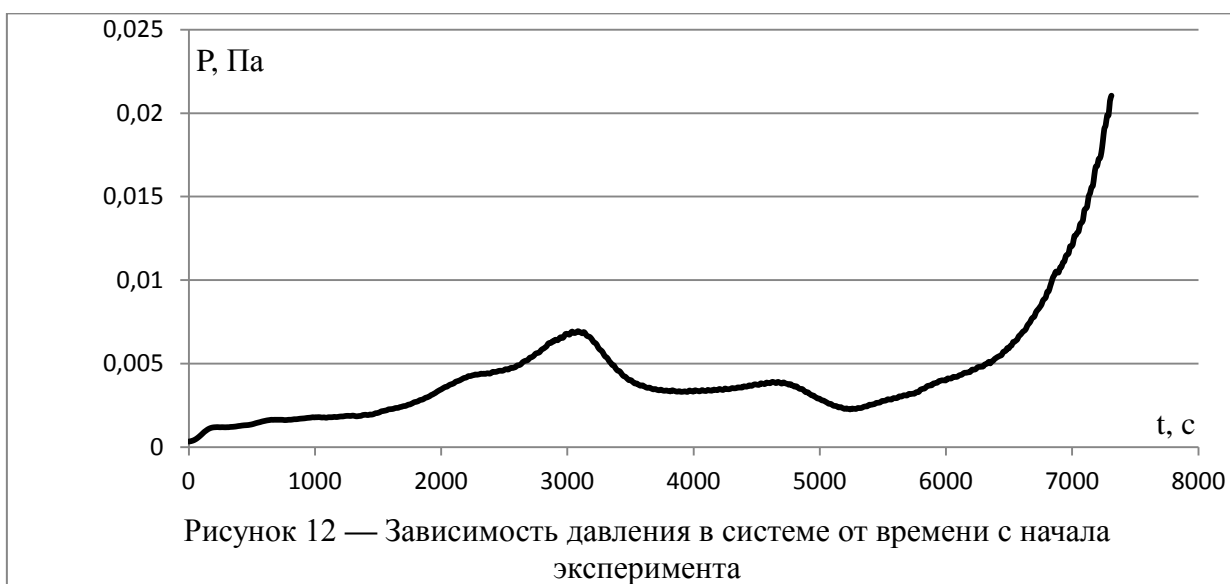
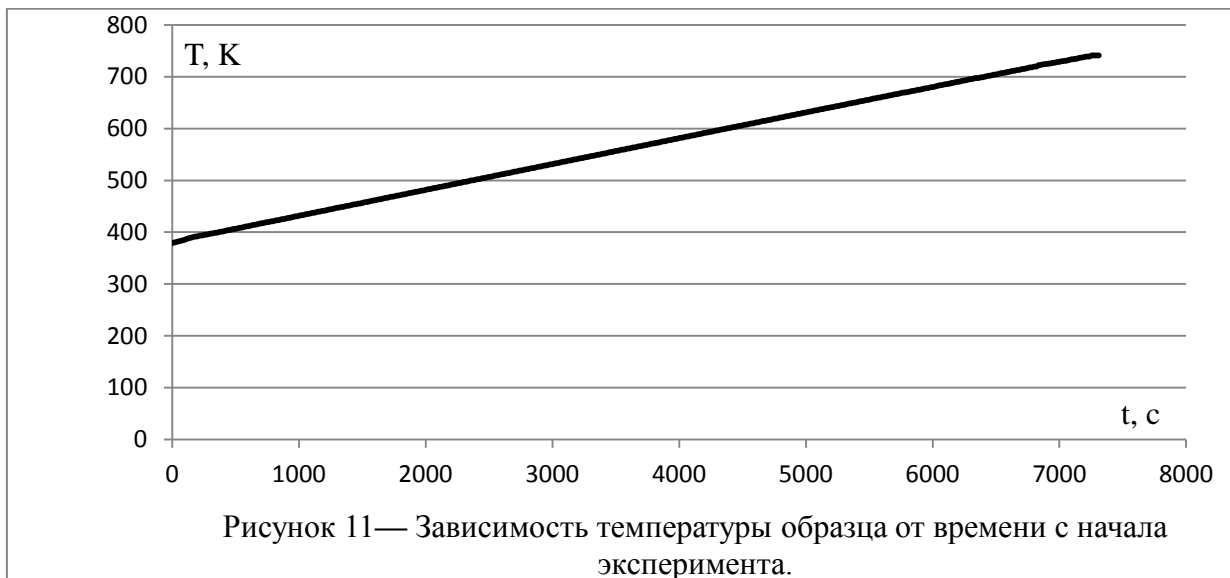
Рис 10 — Схема вакуумного поста станции термодесорбционного анализа. C1, C2 – высоковакуумные объемы, C3 – низковакуумная часть, V – камера ТДС, S – масс-спектрометр, FR – вакуумметры.

Вакуумная камера поста оборудована нагревателями, служащими для вакуумного прогрева после напуска атмосферы.

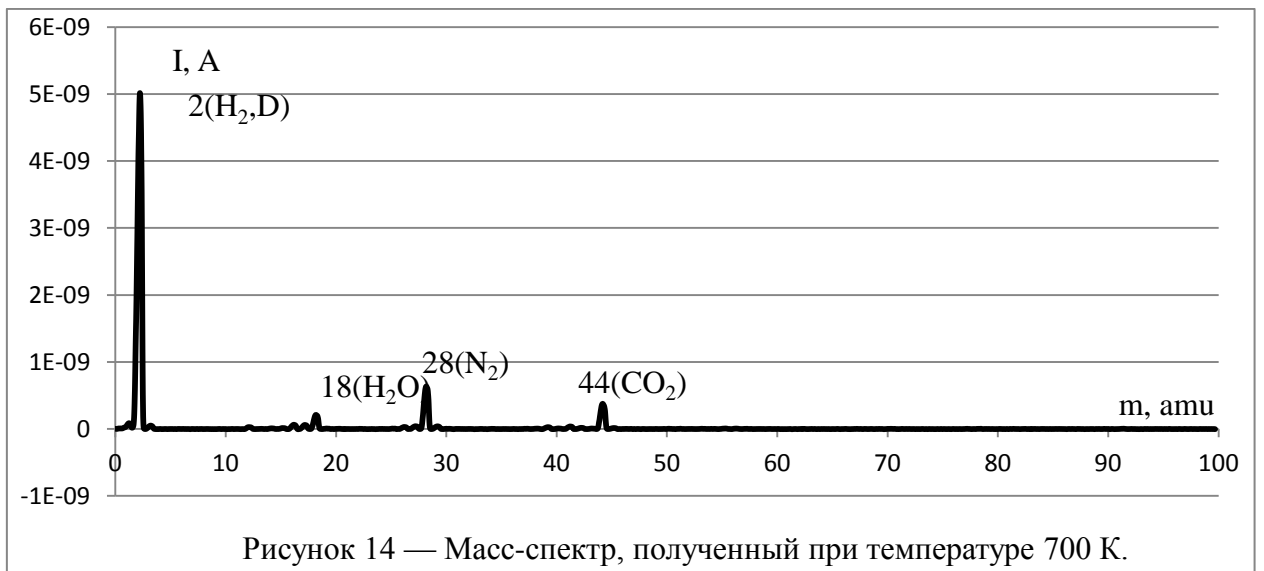
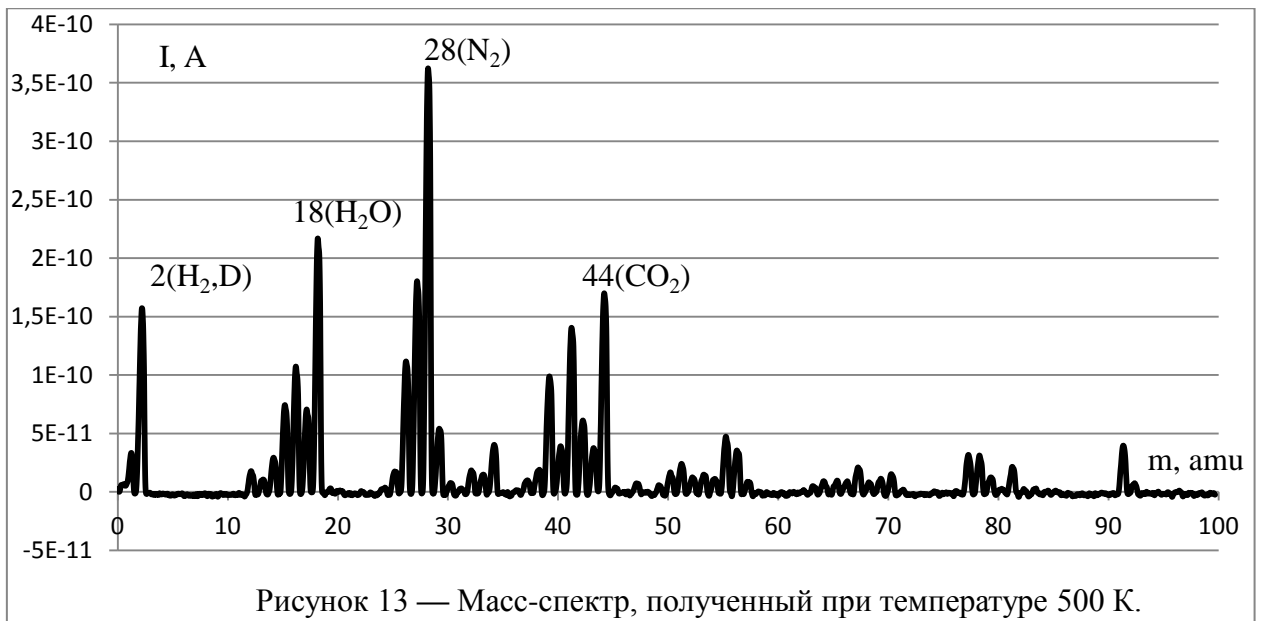
Измерение парциального давления при нагреве образцов осуществляется с помощью квадрупольного масс-спектрометра Pfeiffer Prisma QMG-220, подключаемого к управляющему компьютеру по сети Ethernet 100Base-TX, при помощи специализированного программного обеспечения Quadera.

4. Результаты и их обсуждение

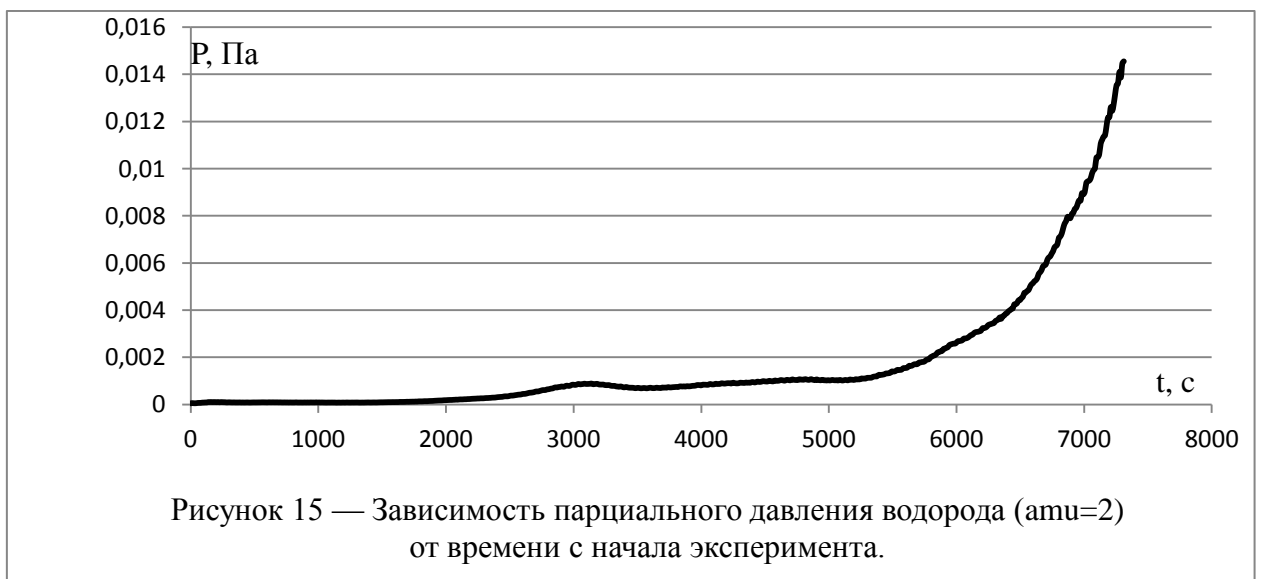
В работе был получен спектр мишени, облученной с нагрузкой 2 МДж/м^2 . Скорость нагрева составила $0,05 \text{ К/с}$. Давление в системе измерялось при помощи магниторазрядного вакуумметра. Зависимости температуры образца от времени и давления в высоковакуумной магистрали представлены на рисунках 11 и 12:



При помощи масс-спектрометра снимался масс-спектр десорбировавших газов. Масс-спектр при температурах 500 К и 700 К показаны соответственно на рисунках 13 и 14.



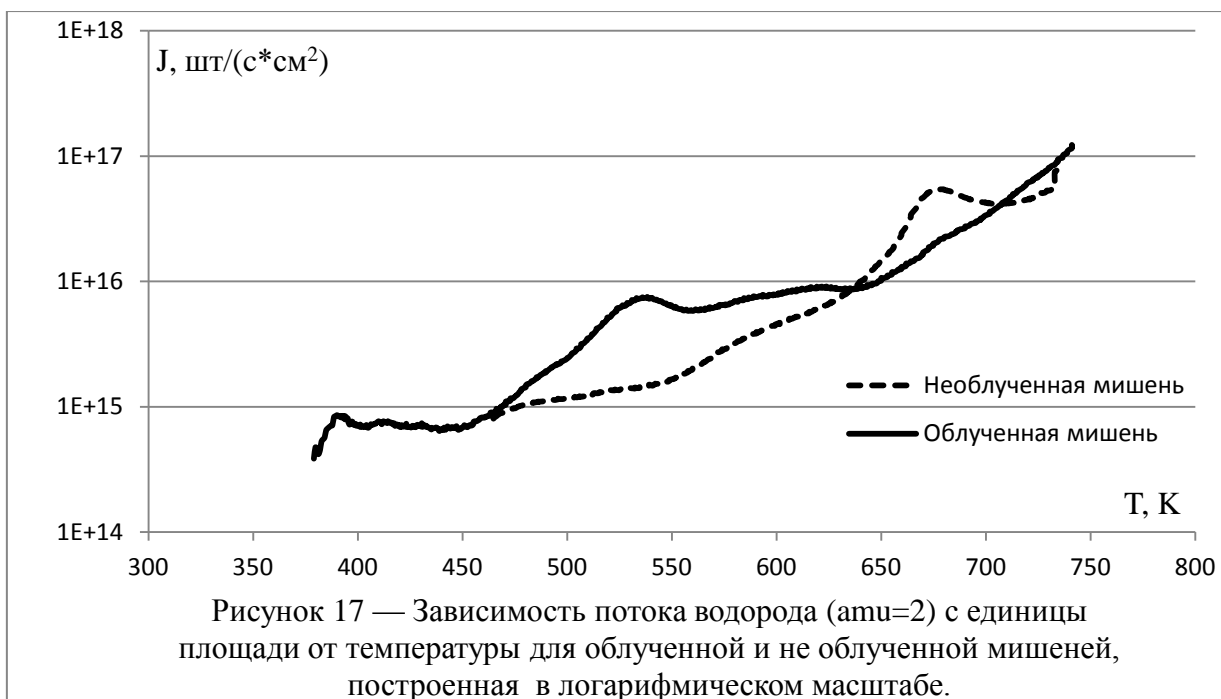
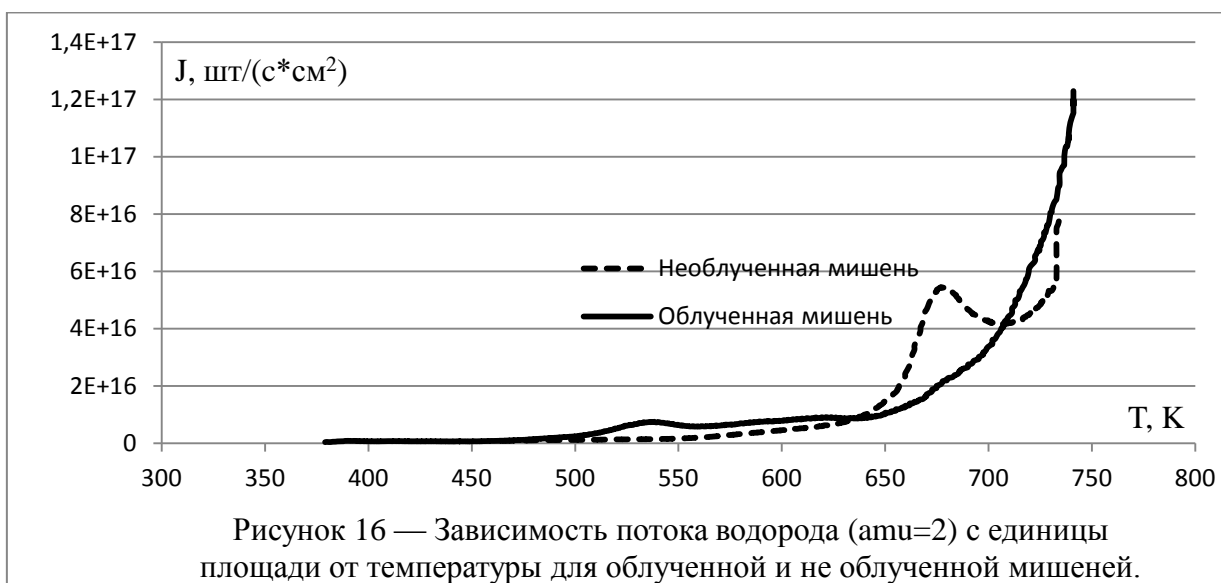
Из информации масс-спектрометра и вакуумметра находилось парциальное давление водорода в камере, результат представлен на рисунке 15.



Из законов вакуумной техники и данных вакуумной системы находился поток десорбируемого водорода по следующей формуле:

$$J = \frac{S \cdot \frac{U}{S+U} P}{kT}$$

где $S=0,12 \text{ м}^3/\text{с}$ – скорость откачки насоса по водороду, $U=0,08 \text{ м}^3/\text{с}$ – проводимость трубы от измерителя давления до насоса, $k=1,38 \cdot 10^{23} \text{ Дж/К}$ – постоянная Больцмана, $T=293 \text{ К}$ – комнатная температура. Из полученных результатов можно получить зависимость потока с единицы площади от температуры, в предположении, что газ десорбируется только с мишени. Аналогичным образом был получен спектр для необлученной мишени. Эти результаты показаны на рисунках 16 и 17:



Таким образом в области температур 600-750 К поток водорода составил 10^{16} - 10^{17} шт./($\text{с}\cdot\text{см}^2$), в предположении, что газ десорбируется только с мишени. При этом полный выход водорода из рабочего объема с облученной мишенью при нагреве до 740 К составил $1,5\cdot 10^{20}$ штук. С другой стороны в ряде работ [9, 10, 11] характерная величина потока составляет 10^{14} шт./($\text{с}\cdot\text{см}^2$). Т.е. превышение составило 10^2 - 10^3 , что ставит под сомнение полученный результат. При этом суммарная площадь экранов, которые также нагревались до 500 К составляла $1,6\cdot 10^3$ см^2 . Т.е. наблюдаемый газ возможно десорбировался не только с мишени, но и с окружающих ее экранов.

Кроме этого при проведении эксперимента ТДА была выявлена невозможность добиться температур выше 820 К на данном оборудовании. Это было связано с рядом причин: мощность, подаваемая на нагреватели, была ограничена тем, что источники питания при больших токах выходили в режим ограничения по напряжению; при долгой работе на пределе мощности источники тока перегревались и выключались при срабатывании внутренней защиты по температуре; при низкой скорости нагрева экраны нагревались и плохо выполняли свою функцию. Т.о. получить пик ТД-спектра, находящийся при большей температуре не удалось.

5. Выводы и заключения

- Изучена теория ТДА, выбраны методы определения термодесорбционных параметров по зависимостям потоков газа от температуры.
- В работе была спроектирована, собрана и испытана камера для ТДА.
- Был получен спектр остаточных газов на стенде для ТДА при нагреве без мишени, с облученной и необлученной мишенями; а также был измерен полный выход водорода из рабочего объема, который составил $1,5 \cdot 10^{20}$ штук.
- Также установлено, что максимально достижимая температура мишени на данном стенде составляет ~ 820 К.

Дальнейшие планы работы на стенде ТДА включают в себя:

- Доработку системы нагрева мишени, для возможности достижения больших температур.
- Изменение системы экранов с целью понижения потока десорбировавшего газа с них.
- Проверку полученных потоков и полного выхода водорода с целью выделить разницу между облученной и необлученной мишенями.

6. Список литературы.

1. С. Ф. Борисов, Межфазная граница газ–твердое тело: структура, модели, методы исследования, Учебное пособие, Екатеринбург, 2001.
2. Балек В., Тельдеши Ю. Эманационно-термический анализ, Применение в химии твердого тела, аналитической химии и технике: Пер. с англ М.: Мир, 1986 г.,-368 с.
3. И.Н.Бекман, Диффузно-структурный анализ, Учебное пособие для вузов, Москва, 1995.
4. И.Н. Бекман, Эманирование твердых тел (Феноменологическая теория), Москва, 2008, URL: <http://profbeckman.narod.ru/Eman.htm>, (дата обращения 1.06.2012).
5. Kelly R., Matzke H.J. // J. Nucl. Mat. 20 (1966) 171.
6. Donnely S.E., Armour D.G. // Vacuum, 27 (1977) 21.
7. Лушик Н.Е. // Труды института физики и астрономии, г.Тарту, АН ЭССР, №3 (1955) 22
8. А.А. Шошин, А.В. Аникеев, Ловушка для термояда // Наука из первых рук, №5 (17), 2007, с. 6-19
9. W. Wang, Q. Li, M. Kobayashi et.al, Retention Behavior of Deuterium and Oxigen in Boronized VPS-W // 20th International Conference on Plasma Surface Interaction, P3-064.
10. M. Oya, K. Uekita, Y. Ohtsuka et.al, Deuterium Retention in Toughned, Fine-Grained Recrystallized Tungsten // 20th International Conference on Plasma Surface Interaction, P3-039.
11. Y. Oya, S. Masuzaki, T. Fujishima et.al, Evaluation of hydrogen isotope retention enhancement for tungsten byplasma exposure in LHD // 20th International Conference on Plasma Surface Interaction, P3-040.