МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

Обращенные к плазме Элементы ТЯР

Лабораторный практикум

Рекомендовано УМО «Ядерные физика и технологии» в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений

Москва

УДК 621.039.66(075), 533.924(075) ББК 22.333я7 О 74

Обращенные к плазме элементы ТЯР: Лабораторный практикум / Под ред. В.А. Курнаева. – М.: НИЯУ МИФИ, 2008. – 120 с.

Авторы: Л.Б. Беграмбеков, В.И. Бурлака, Ю.М. Гаспарян, И.В. Визгалов, А.М. Захаров, В.А. Курнаев, В.В. Песков, А.А. Писарев, А.А. Русинов, П.А. Шигин.

Практикум состоит из двух разделов. Первый раздел знакомит с условиями работы и конструкцией обращенных к плазме элементов термоядерных установок и реакторов. Второй раздел включает в себя описания лабораторных работ, при выполнении которых студенты знакомятся с установками и методами исследования физических процессов, происходящих в обращенных к плазме материалах термоядерных реакторов под действием плазмы и ионов изотопов водорода. Кроме работ на оригинальных, созданных на кафедре физики плазмы МИФИ установок, приведено описание работы микроскопа, используемого для анализа облученных в плазме материалов.

> Пособие подготовлено в рамках Инновационно-образовательной программы МИФИ

Рецензент профессор, доктор физ.-мат. наук В.А.Храбров

ISBN 978-5-7262-0958-6

© Национальный исследовательский ядерный университет, «МИФИ», 2008

Редактор *Т.В. Волвенкова* Верстка *С.В. Тялиной*

Подписано в печать 29.09.2008. Формат 60×84 1/16. Печ. л. 7,5. Уч. изд. л. 7,25. Тираж 120 экз. Изд. № 4/137.

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ». 115409, Москва, Каширское шоссе, 31. Типография ООО «Полиграфический комплекс «Курчатовский». 144000, Московская область, г. Электросталь, ул. Красная, д. 42

ПРЕДИСЛОВИЕ

Цель практикума – ознакомить студентов 4 и 5 курса кафедры физики плазмы со спецификой исследования процессов на поверхности обращенных к плазме материалов термоядерных установок и реакторов с магнитным удержанием плазмы. Проблема обращенных к плазме материалов в установках управляемого ядерного синтеза является одной из наиболее острых и требующих проведения исследований для оптимизации выбора материалов и условий их работы в термоядерных установках.

Теоретическая часть, написанная проф. В.А. Курнаевым, знакомит со спецификой работы обращенных к плазме элементов (ОПЭ) термоядерных установок и реакторов. Условия эти достаточно сложны, а воздействие на материалы носит многофакторный характер и различно в разные моменты времени работы реактора и места расположения того или иного ОПЭ. К сожалению, по данной тематике отечественная литература практически отсутствует, тем более литература учебного характера. Поэтому этот раздел, частично восполняя данный пробел, занимает достаточно большой объем лабораторного практикума.

Кроме того, в начале каждой лабораторной работы приводится краткое изложение физических механизмов, определяющих суть изучаемых студентом явлений. Для самопроверки студентам предлагается ответить на контрольные вопросы.

Работа «Термодесорбционная спектроскопия как метод исследования захвата частиц в твердое тело» написана Ю.М. Гаспаряном, А.А. Писаревым, А.А. Русиновым, работа «Удаление изотопов водорода из конструкционных материалов ТЯР (кондиционирование) с помощью низкотемпературной плазмы» написана Л.Б. Беграмбековым, А.М. Захаровым П.А. Шигиным, работа «Имитационный стенд для испытания обращенных к плазме элементов термоядерных установок и методы проведения на нем экспериментов» – В.А. Курнаевым, И.Л. Клыковым, В.В. Песковым, работа «Изучение принципов работы и ознакомление с возможностями растрового электронного микроскопа», выполняемая на вновь полученном в рамках инновационно-образовательной программы малогабаритном растровом электронном микроскопе написана В.И. Бурлакой, Ю.М. Гаспаряном и А.А. Писаревым. Следует заметить, что все приведенные в данном лабораторном практикуме учебно-экспериментальные стенды были вновь созданы в рамках выполнения инновационно-образовательной программы. Эти стенды, безусловно, не перекрывают весь необходимый для изучения студентами диапазон возможных лабораторных работ по тематике изучения сложной физики процессов, происходящих на обращенных к плазме элементов ТЯР, но представляют собой первую отечественную учебную лабораторию такого рода, которая должна получить дальнейшее развитие.

Введение

Среди множества различных типов термоядерных установок с магнитным удержанием именно с токамаком сейчас связывают надежду на практическую реализацию управляемого термоядерного синтеза. Международный термоядерный реактор ИТЭР, строительство которого началось во Франции в Кадараше и который будет запущен в 2019 году, представляет собой токамак. Более подробно устройство и принцип действия токамака описаны в [1]. В данном пособии основная проблематика предлагаемых лабораторных работ связана с условиями работы обращенных к плазме элементов токамака. Некоторые особенности работы токамаков будут упомянуты только с точки зрения взаимодействия плазмы с ОПЭ.

1. Функции различных обращенных к плазме элементов ТЯР

Рассмотрим более подробно устройство разрядной камеры токамака реакторного масштаба и присутствующие в ней элементы (рис. 1), соответствующие модернизированному проекту международного термоядерного реактора ИТЭР (рис. 2)

Все обращенные к плазме элементы (ОПЭ) делятся на две основные категории. Это элементы *первой стенки*, взаимодействие плазмы с которыми стараются предотвратить, и *лимитеры* и *диверторы*, в которых как раз и сосредоточено выделение покидающих основной объем потоков тепла и частиц.

Понятно, что для стационарного (или квазистационарного) реактора должен быть «сток» частиц, так как в реакции синтеза непрерывно «сгорают» изотопы водорода (для первых реакторов используется реакция синтеза с наибольшим сечением):

$$D + T = {}^{4}He + n + 17,6 M \Im B$$

с образованием альфа-частиц и нейтронов. Их энергия делится обратно пропорционально массе, поэтому энергия α-частиц равна 3,5 МэВ, а нейтроны имеют энергию 14,1 МэВ.



Рис. 1. Основные обращенные к плазме элементы токамака

Энергетичные ионы гелия разогревают плазму, отдавая свою энергию ее частицам, и условием зажигания (ignition) реакции как раз и является самоподдержание реакции за счет энергии образующихся α-частиц. Однако накопление в плазме инертного гелия снижает мощность реакции, поэтому его обязательно надо удалять из реакторного объема. Именно для этой цели и служит *дивертор*, в который попадает плазма, покидающая зону удержания. Замкнутые магнитные поверхности ограничены *сепаратрисой*, и находящаяся внутри ее область определяет зону удержания, магнитные же силовые линии вне сепаратрисы обязательно пересекутся с поверхностью ОПЭ, что неизбежно приведет к взаимодействию потоков плазмы с поверхностью материалов (или специально напускаемым в дивертор газом).



Рис. 2. Проект реактора ИТЭР

Баланс энергии в единице объема плазмы зависит от соотношения поступающих в него и уходящих из него потоков мощности и определяется, главным образом, энергетическим временем удержания τ_E :

$$\frac{d(3nkT)}{dt} = (n^2/4) < \sigma_{TD}v > E_{\alpha} - P_{rad} - \frac{3nkT}{\tau_E} + P_{aux}, \qquad (1)$$

где первый член в правой части соответствует нагреву α -частицами, выделяющимися в термоядерной реакции, а последний – суммарной мощности нагрева единицы объема за счет всех источников дополнительного нагрева, основными каналами потерь энергии яв-

ляются тормозное излучение (P_{rad}) и теплопроводность ($3nkT/\tau_E$). Баланс же частиц зависит от времени удержания ионов в плазменном объеме τ_i :

$$\frac{dn_i}{dt} = -\frac{n_i^2}{2} < \sigma_{TD}v > -\frac{n_i}{\tau_i}(1-R_i) + S_f$$
(2)

и от накопления образующейся гелиевой «золы» с временем удержания гелия τ_{α} :

$$\frac{dn_{\alpha}}{dt} = \frac{n_i^2}{4} < \sigma_{TD} v > -\frac{n_{\alpha}}{\tau_{\alpha}} (1 - R_{\alpha}), \qquad (3)$$

где n_i , n_{α} – концентрации ионов топлива и гелия соответственно, R_i , R_{α} – соответственно коэффициенты возврата, S_f – скорость подпитки топливом реагирующей плазмы. Ясно, что частица быстрее теряет свою энергию, замедляясь при движении к стенке, чем сама покидает объем основной плазмы с характерным временем удержания частиц τ_c . Считается, что $\tau_c \approx (3-10)\tau_E$. Для реакторатокамака, учитывая квазинейтральность плазмы и постоянство ее давления в ходе реакции, можно определить время, за которое плазма будет «отравлена» золой до такой степени, что мощность реактора резко упадет. В предположении, что $R_i = R_{\alpha} = 0$ для значения $\langle \sigma_{\rm DT} v \rangle \equiv f_{\rm DT} \approx 10^{-22}$ м⁻³ с при T = 10 кэВ и типичной для реактора-токамака концентрации $n = 10^{20}$ м⁻³ получаем, что мощность реактора, у которого не удаляется «зола», уменьшится вдвое за время чуть больше минуты.

На рис. 3 показано, по каким каналам выходит мощность из реактора ИТЭР при мощности термоядерной реакции 500 МВт.

Одновременно с гелием в слой удаляемой плазмы, так называемый *скреп-слой*, будет попадать и несгоревшее топливо в виде смеси дейтерия и трития. Концентрацию золы в реакторе обычно ограничивают малой величиной 5–10 %. Следовательно, в поступающей в скреп-слой из основной плазмы смеси будет содержаться 90–95 % топлива, которое вместе с термализованным гелием уносится вдоль силовых линий из зоны реакции и попадает в дивертор.



Рис. 3. Распределение потоков мощности из реактора ИТЭР при коэффициенте усиления *Q* = 10

Первоначально дивертор был придуман еще Спитцером для стелларатора «С» для удаления примесей, образующихся от взаимодействия плазмы со стенками установки. Схема этого так называемого тороидального дивертора приведена на рис. 4,6.



Рис. 4. Типичные конфигурации диверторов: *а* – полоидальный (установка DIVA); *б* – тороидальный (стелларатор С); *в* – бандл-дивертор (токамак DITE); Д – диверторные пластины

Идея его очень проста. С помощью внешних катушек необходимо создать поле с противоположным основному направлением. Тогда в некоторой точке, близкой к этой вспомогательной катушке, магнитное поле ослабевает до нуля, и магнитные силовые линии «размыкаются», уходя за пределы вакуумной камеры установки. Сосредоточив эти силовые линии в некотором (диверторном) вакуумном объеме, организовав в нем нейтрализацию потока попадающей туда периферийной плазмы и осуществив тем самым удаление внешней загрязненной примесями плазмы из основного объема установки, можно резко снизить уровень примесей в установке. В стеллараторе «С» применение дивертора уменьшило уровень загрязнения плазмы в 100 раз!

Точно так же действует и полоидальный дивертор, показанный на рис. 4,а и рис. 1. Катушка (или набор катушек) с током, создающим поле, которое направленно противоположно полю от основного тока плазмы в токамаке, создает «0» полоидального поля, чему соответствует показанная на рис. 1 «Х» точка. Магнитные поверхности внутри сепаратрисы с «Х» точкой замкнуты, вне ее – разомкнуты.

Возможна еще одна модификация дивертора – это так называемый «бандл» или точечный дивертор (рис. 4,в). Идея его реализации точно такая же, как у описанных тороидального и полоидального диверторов, но ослабление магнитного поля за счет внешних катушек происходит не вдоль всего поперечного сечения плазмы (как в тороидальном диверторе) или в одном месте поперечного сечения (как в полоидальном диверторе) вдоль всего тороидального направления, а лишь в одном месте магнитной силовой трубки, которая и выводится из объема установки. Такой дивертор был установлен на токамаке DITE. Ясно, что тороидальный дивертор очищает плазму лучше всего, а бандл-дивертор хуже всего, так как магнитная силовая трубка при своем многократном вращении вдоль тора попадет в его зону лишь один раз.

Оценку эффективности дивертора для удаления поступающих со стенки примесей можно сделать из простых соображений. Известно [2], что степень ионизации распыленных атомов (кроме щелочных или щелочно-земельных) очень мала, поэтому весь поток поступающих со стенок в плазму (распыленных или десорбированных под действием облучения из плазмы), можно рассматривать как состоящий из нейтральных атомов и/или молекул. Эти атомы ионизуются в скреп-слое электронами периферийного слоя плазмы. Температура плазмы на периферии, как правило, мала (от десятка до сотни эВ), поэтому ионизация ионами намного порядков менее эффективна, чем ионизация электронами. Перезарядка существенна только для атомов и ионов одного сорта [1], поэтому для атомов материала стенок она будет незначительна. Ослабление потока нейтральных атомов, поступающих в плазму со стенки за счет ионизации, может быть представлено очевидным выражением:

$$I \approx I_0 \exp\left\{-\frac{1}{v_0} \int_0^\Delta \left\langle \sigma_i^e v_e \right\rangle n_e dx\right\},\tag{4}$$

в котором I_0 – плотность потока распыленных атомов со стенки, v_0 – наиболее вероятная их скорость, Δ – толщина скреп-слоя, $\langle \sigma_i^e v_e \rangle$ – усредненная по распределению электронов по скоростям в скреп-слое скорость ионизации электронным ударом с сечением σ_e^i , а интегрирование происходит от поверхности стенки поперек скрепслоя. Если показатель степени экспоненты много больше единицы, то происходит эффективное ослабление потока примесей до их попадания в основную плазму. При этом говорят об эффективном диверторном слое.

Количество тепла, уносимого скреп-слоем в дивертор, можно оценить из уравнения энергобаланса в реакторе. Если все частицы, пресекающие сепаратрису и попадающие в скреп-слой, термализовались до энергии, характерной для области сепаратрисы T_s, то энергии полный поток можно оценить ИЗ соотношения $W = 3NT_s/\tau_c$. При энергетическом времени удержания τ_E поток энергии, уносимой частицами несгоревшего топлива (вместе с термализованными ионами гелия, отдавшими свою энергию изотопам водорода) или поток теплопроводности равен $P_T \cdot V = V \cdot 3nkT/\tau_E$, где V – объем реактора. Например, в реакторе с объемом порядка 10^3 м^3 при плотности плазмы 10^{20} м^{-3} , температуре 10 кэВ и энергетическом времени удержания $\tau_E \approx 3$ с в стационарном режиме работы будет уноситься $1.6 \cdot 10^8$ Вт.

Оценить же степень экранирования плазмы от поступающих со стенок примесей можно из простых соображений. Если расчетное время удержания частиц в плазме реактора равно τ_c , то общий поток частиц из основной плазмы в скреп-слой составит $\Gamma = N/\tau_c$, где N – общее, содержащееся в плазме, число частиц. В стационарных условиях этот поток должен уноситься скреп-слоем в дивертор. Поэтому для поступающего в дивертор потока в предположении, что толщина скреп-слоя мала по сравнению с характерным поперечным размером плазмы в установке, можно написать:

$$\Gamma \approx \frac{S \int_{o}^{\Delta} n dx}{\tau_{\rm div}},$$

где S – площадь стенки, τ_{div} – время жизни частиц в скреп-слое. Известно, что в этом слое замагниченная плазма движется вдоль силовых линий магнитного поля со звуковой скоростью

 $c_s \approx \sqrt{rac{k(T_e+T_i)}{M_i}}$, где T_e, T_i – температура электронов соответст-

венно, M_i — масса ионов. Поэтому время жизни попавшей в скрепслой на расстоянии L от пластины нейтрализации в диверторе (и там ионизованной) распыленной частицы материала стенки составляет $\tau_{div} = L/c_s$. Зная максимальную длину пути ионизованной частицы примеси от места попадания в скреп-слой до пластины нейтрализации дивертора, связывают параметры скреп и эффективность защиты плазмы от примесей.

Распределение плотности плазмы в скреп-слое весьма неравномерное. В общем случае предполагается, что концентрация частиц в нем n_{SOL} , а температура T_{SOL} распределена по экспоненциальному закону с соответствующими постоянными спада $n_{SOL} = n_S \exp(-x/\lambda_n)$, $T_{SOL} = T_S \exp(-x/\lambda_T)$, где индекс *s* соответствует значению соответствующих параметров на сепаратрисе, λ_n , λ_T – постоянные спада плотности частиц и температуры соответственно. Тогда плотность потока энергии в скреп-слое $q_{SOL} = n \cdot v_{||} \cdot T = q_S \exp(-x/\lambda_q)$, где $\lambda_q = 2\lambda_n\lambda_T/(3\lambda_n+2\lambda_T)$.

Как видно из рис. 1, величина Δ переменна и весьма мала в медианной плоскости на внешнем обходе тора (может быть менее одного сантиметра для установки масштабов ИТЭР). В области дивертора скреп-слой существенно расширяется, но плотность потока энергии в нем может быть крайне неравномерной (рис. 5).



Рис. 5. Распределение по поверхности мишени расчетной мощности приносимого с плазмой теплового потока и эрозии приемной пластины (при срыве и противоположных ориентациях полоидального магнитного поля по отношению к основному)

Функцию ограничения взаимодействия плазмы с первой стенкой в первых токамаках выполняла диафрагма, изготовленная из тугоплавких материалов (вольфрам, а затем графит) с отверстием меньшего сечения, чем разрядная камера. В современных токамаках такие ограничивающие элементы называют *лимитерами*. Они очень широко распространены и присутствуют также и в токамаках с диверторами (рис. 6), а иногда и выполняют роль дивертора, если к функции съема энергии SOL добавляется и функция откачки. Такие лимитеры называются откачивающими. Типичным примером служит полоидальный *откачивающий лимитер* на токамаке со сверхпроводящими обмотками тороидального поля Tore Supra, а также лимитер ALT-2 в токамаке TEXTOR, специально предназначенном для исследования взаимодействия плазмы с ОПЭ.

Принцип работы откачивающего лимитера показан на рис.7. Обращенную к плазме поверхность рассчитывают таким образом, чтобы плотность энерговыделения на ней была постоянной.

Зная показатели спада концентрации и температуры в скрепслое, легко определить, какую долю падающего потока частиц при его плотности $\Gamma = n \cdot v_{\parallel} \propto n \cdot T^{1/2}$ будет удалять подобный лимитер.



Рис. 6. Конфигурация обращенных к плазме элементов в токамаке JET

Действительно, распределение плотности потока в слое $\Gamma = \Gamma_0 \exp[-x/\lambda_{\Gamma}]$, где $\lambda_{\Gamma} = 2\lambda_n \lambda_T/(\lambda_n + 2\lambda_T)$, а откачиваться показан-



Рис. 7. Принципиальная конструкция откачивающего лимитера: 1 – плазма, 2 – входной канал для откачки частиц, 3 –нейтрализатор, 4 – канал откачки

ным на рис. 6 лимитером будет доля падающего полного потока, равная $\exp(-d_2/\lambda_{\Gamma})/$ /{-exp[- $(d_1 + d_2)/\lambda_{\Gamma}$]}. Устройство откачивающего лимитера токамака Тоге Supra, обращенная к плазме поверхность которого представляет собой плоское замкнутое кольцо, покрытое СС- композитом, показано на рис. 8.

Помимо функции защиты первой стенки в процессе работы в реакторе ИТЭР предусмотрен так называемый *старт-лимитер* – лимитер, ограничивающий взаимодействие плазмы с первой стенкой в первые моменты работы, когда необходимая диверторная конфигурация, зависящая от тока плазмы, еще не сформировалась. К лимитеру же можно отнести так называемый "baffle" или часть первой стенки на входе в дивертор (см. рис. 1), на которую попадает значительная часть потока скреп-слоя.



Рис. 8. Тороидальный откачивающий лимитер токамака Tore Supra

Потоки частиц и энергии, попадающие на обращенные к плазме элементы

Как известно [1], на границе плазма – поверхность конденсированной среды образуется дебаевский слой или *sheath*. Образования этого слоя связано с уходом из плазмы более быстрых электронов и повышением потенциала плазмы относительно стенки на величину $V_{\rm sh}$.

$$eV_{\rm sh} = (kT_e) \ 0.5 \ \ln\{[2\pi(m_e/M_i)(1+T_i/T_e)]/(1-\delta)^2\}.$$
(5)

В этой формуле M_i – масса иона, T_i и T_e соответственно температура ионов и электронов, δ – коэффициент вторичной электрон-электронной эмиссии.

Кроме этого слоя в плазме на расстояниях много больше радиуса Дебая образуется так называемый *предслой*, на котором в низкотемпературной плазме происходит падение потенциала порядка $kT_e/2$. Более подробно о механизмах образования этих слоев можно прочитать в [2].

Для водородной плазмы значения пристеночного падения потенциала, ускоряющего к стенке положительно заряженные ионы, составляет (3–3,5) kT_e . Таким образом, переносимые со звуковой скоростью в скреп-слое ионы вблизи поверхности дополнительно ускоряются. Если же в плазме присутствуют многозарядные ионы примесей, то энергия, с которой они бомбардируют ОПЭ, возрастает многократно. При этом надо иметь в виду, что из-за максвелловского распределения электронов в плазме часть электронов из «хвоста» максвелловского распределения преодолевает тормозящий потенциал на границе. Доля электронного потока в общем потоке частиц может составлять десятки процентов.

Если в плазму помещен лимитер или диафрагма, то они подвергаются облучению потоками плазмы с разных сторон (рис. 8). Эти потоки могут быть различны в зависимости от направления продольного магнитного поля и тока плазмы.



Рис. 9. Условная схема переносов частиц и энергии в скреп-слое: 1 – граница скреп-слоя, 2 – поток замагниченной плазмы в скреп-слое, 3 – поток частиц и

энергии на поверхность лимитера, 4 – лимитер и происходящие на его поверхности элементарные и коллективные процессы взаимодействия частиц квантов излучения, 5 – пернос нейтральных частиц в основную плазму, линейчатое излучение примесей, 7 – перенос частиц из основной плазмы

Помимо ионов скреп-слоя, бомбардирующих приемные поверхности дивертора или лимитера, поверхности всех обращенных к

плазме элементов облучаются нейтралами перезарядки. Они образуются в результате резонансной перезарядки горячих ионов плазмы с более холодными нейтральными атомами, поступающими со стенок. Энергетический спектр и интенсивность (плотность потока в единичный энергетический интервал и в единицу телесного угла) потока нейтралов перезарядки, покидающих слой плазмы в пределах от x_1 до x_2 с постоянной температурой T_i и плотностью ионов n, определяется выражением [2, 3]

$$\frac{d^2 j_x}{dEd\Omega} = \frac{E\sigma_{cx}(E)}{\pi [2\pi M]^{1/2}} \int_{x_1}^{x_2} n_a(x) n_i(x) \frac{\exp[-E/kT_i]}{[kT_i(x)]^{3/2}} \eta dx,$$

где σ_{cx} – сечение перезарядки, n_a – концентрация холодных нейтральных атомов, η – коэффициент ослабления пучка за счет обратной перезарядки, ионизации ионами и электронами. При n_a = const, n_i = const и η = 1 это выражение имеет максимум при $E = T_i$. Однако в реальных больших установках с неоднородным распределением по сечению плазмы концентрации, температуры и плотности «холодных» нейтральных атомов, спектр имеет вид, показанный на рис.10. Т.е. наиболее вероятная энергия нейтралов перезарядки составляет десятки (для области дивертора) или сотни электрон-вольт, но высокоэнергетичный «хвост» распределения продолжается до десятков килоэлектронвольт.



Рис. 10. Энергетический спектр нейтралов перезарядки в токамаке (*a*), где пунктир – чисто максвелловское распределение ионов с температурой T; распределение нейтралов перезарядки по энергии в диверторе (δ)

Общее представление об ожидаемых в реакторе ИТЭР потоках частиц и энергии на различные обращенные к плазме элементы дает рис. 11, на котором показано расчетное распределение по периметру поперечного сечения реактора падающих на ОПЭ потоков различных ионов и нейтралов перезарядки. Видно, что наибольшей нагрузке подвергается мишень внешней «ноги» дивертора, на которой плотность потока ионов составляет несколько A/см². Кроме частиц топлива (ионов дейтерия и трития) на элементы ОПЭ попадают дважды ионизованные ионы гелия (в диверторе примерно на



Рис. 11. Поперечное сечение реактора ИТЭР (*a*) и расчетное значение распределения потоков частиц по периметру сечения (δ), а также нейтралов перезарядки и их энергии (*в*)

три порядка меньше по интенсивности, а на первой стенке примерно на два порядка). Сравнимыми по интенсивности с ионами гелия оказываются потоки многократно ионизованных ионов углерода.

Плотности потоков нейтралов перезарядки оказываются наибольшими также в районе диверторных мишеней, однако средняя энергия их при этом очень мала. Напротив, первая стенка подвергается облучению высокоэнергетичными нейтралами перезарядки (в медианной плоскости с наиболее вероятными энергиями 200– 400 эВ), но с эквивалентной плотностью потока ~1 мА/см².

Очень важным для понимания процессов, происходящих под действием ионов и нейтралов на поверхности ОПЭ, но не до конца исследованным является вопрос об угловом распределении падающих частиц, так как известно, что процессы внедрения, отражения и распыления очень сильно зависят от угла, под которым частицы попадают на поверхность.

Плотность мощности в скреп-слое может быть очень большой (до нескольких десятком MBт/м²). Ни один известный материал таких тепловых нагрузок не выдерживает, поэтому приемные пластины дивертора располагают под скользящим углом к направлению суммарного магнитного поля для увеличения площади контакта.

Известно, что в токамаке для обеспечения устойчивости плазмы необходимо выполнение критерия Крускала – Шафранова $q = aH_{\phi}/RH_{\theta} > 1$. Поэтому магнитная силовая линия при обходе по большому радиусу не должна успеть совершить оборот по малому радиусу. Обычно для обеспечения хорошего запаса устойчивости выбирают q > 2. Внутри сепаратрисы все магнитные поверхности замкнуты и лишь за ее пределами возможно их пересечение с твердой поверхностью. Обычно этот угол очень мал (там, где поверхность первой стенки расположена на малом расстоянии от сепаратрисы), а в диверторе приемные пластины располагают так, чтобы этот угол составлял ~5 град. Тогда мощный поток плазмы распределяется на большую площадь приемных пластин (или мишеней) дивертора.

В некоторых случаях: при введении в плазму измерительных зондов или лимитеров, поверхность которых не параллельна сепа-

ратрисе, угол пересечения с поверхностью может быть значительно больше.

В наклонном магнитном поле помимо электростатического слоя необходимо учитывать двойного магнитный предслой (рис. 12), в пределах которого имеется возможность столкновения с поверхностью ионов, движущихся по спиральным траекториям. Ларморовский радиус электрона намного меньше ионного, поэтому возможен преимущественный уход на стенку уже ионов. Ускорение ионов в двойном слое выпрямляет их траектории. С увеличением плотности плазмы ширина двойного слоя (~ 10r_D) уменьшается, что приводит к увеличению напряженности притягивающего ионы поля и более сильному выпрямлению траектории. Поэтому для плазмы с плотностью, характерной для ТЯР, ионы падают на поверхность практически по нормали. Расчеты для нейтралов перезарядки в ИТЭРе дали значение наиболее вероятного угла падения 55-60°.



Рис. 12. Структура пристеночного слоя при наличии магнитного поля

Возможен и другой прием снижения удельных тепловых нагрузок от потока ионов. В область дивертора напускается газ, атомы которого, возбуждаясь в потоке плазмы, переизлучают приносимую ей мощность на значительно большую площадь обращенных к плазме элементов дивертора (*газовый дивертор*). При этом концентрация плазмы возрастает до $n_D \approx 10^{16}$ см⁻³, а температура падает до 1-2 эВ. За счет перезарядки ионов скреп-слоя на нейтральном газе ионный ток на диверторные пластины может уменьшиться до нуля. В этом случае говорят об «отрыве» плазмы от мишеней.

Описанные выше параметры потоков частиц характерны для стационарной фазы работы реактора. Значительно большую опас-

ность для ОПЭ и вообще для реактора представляют нестационарные процессы, такие как срыв плазмы токамака, быстрые смещения плазменного шнура по вертикали (VDE) и периодические выбросы большой мощности на ОПЭ при локализованных на периферии неустойчивостях (ELM).

Большой срыв тока представляет самую большую опасность, так как за времена порядка сотни миллисекунд на поверхность не только выбрасывается горячая плазма с энергосодержанием $3nT \cdot V_p$, где V_p – объем плазмы, но и в элементах реактора дополнительно выделяется связанная с током плазмы энергия магнитного поля $LI_p^2/2$. Для реактора масштаба ИТЭР при объеме плазмы $V_p = 1000 \text{ м}^3$, T = 10 кэВ и $n = 10^{20} \text{ м}^{-3}$ энергосодержание плазмы составляет ~ 0,5 ГДж, а запасенная в магнитном поле тока плазмы $I_p \sim 15 \text{ МА}$ энергия ~ 10 ГДж! (напомним, что мгновенное выделение 1 ГДж соответствует взрыву бомбы с тротиловым эквивалентом 250 кг).

Быстрые смещения плазменного шнура D образного сечения могут происходить при потере устойчивости в вертикальном направлении, которая поддерживается специальной системой полоидальных катушек. В этом случае плазма «вываливается» за сепаратрису, создавая большую тепловую нагрузку как на стенки, так и на дивертор.



Рис. 13. Временной ход выбросов частиц (верхний рисунок) и изменения энергосодержания плазмы во время периодических «сбросов» энергии при локализованных на периферии неустойчивостях (ELMax) I рода

Локализованные на периферии неустойчивости (ELM) – периодически повторяющиеся выбросы трубок или сгустков плазмы за сепаратрису бывают трех основных видов: мелкие, но часто повторяющиеся моды III рода, более крупные, но менее частые – моды II рода и самые опасные и мощные моды I рода. Последние характерны для режима улучшенного удержания плазмы в так называемой H моде. На рис. 13 показано, как при ELM I рода возрастает поток частиц в дивертор (определяемый по свечению линии H_{α}) и и примерно на 10 % падает общее энергосодержание плазмы. Длительность этого «выброса» энергии плазмы составляет доли милисекунд.

За такое короткое время теплопроводность материала не играет роли в теплоотводе, а повышение температуры ОПЭ при выделении энергии ΔW на площади *S* за время τ может быть найдено по формуле

$$\Delta T = \frac{\Delta W}{S\tau^{1/2}}.$$

Пиковая мощность энерговыделения достаточна для расплавления облицовки первой стенки из бериллия. Попадая в дивертор, этот дополнительный поток мощности также приводит к большим перегревам его элементов.

На рис. 14 в координатах – время процесса – выделяемая плотность мощности приведены все описанные выше стационарные и нестационарные нагрузки на ОПЭ.



Рис. 14. Типичные тепловые нагрузки на элементы ОПЭ при различных режимах взаимодействия плазмы с поверхностью в токамаке

Следует также иметь в виду, что выделение мощности на поверхности ОПЭ различно не только для выделенных элементов, таких как первая стенка, лимитер или дивертор, но из-за неоднородности основного поля, связанного с наличием дискретных катушек тороидального соленоида, выделение энергии может быть неравномерным и вдоль первой стенки или поверхности откачивающего лимитера. Рис. 15 демонстрирует «пятнистый» характер выделения мощности на поверхности окачивающего лимитера токамака Тор Супра, в более светлых областях происходит сильный нагрев поверхности, а в затемненных, более холодных, происходит осаждение примесей (углерода). Кроме того, из-за разделения общей поверхности на мелкие сегменты происходит перегрев выступающих их частей (рис. 15,6).



Рис. 15. Вид поверхности полоидального лимитера токамака Тор Супра: *а* – после облучения, *б* – термография при облучении

Кроме потоков ионов, электронов и нейтралов перезарядки в термоядерном реакторе ОПЭ подвергаются мощному электромагнитному излучению. Для чистой плазмы с малым значением эффективного заряда, близким к единице, основным видом излучения при термоядерной температуре ~10 кэВ является тормозное излучение. Суммарная мощность этого излучения сравнима с потерями энергии на теплопроводность, а довольно широкий спектр имеет максимум на длине волны $\lambda_{Jmax}[A] = 6200/T_e$ [эВ]. Таким образом, при $T_e = 10$ кэВ наиболее вероятная длина волны, попадающего на поверхность ОПЭ излучения, составляет ~0,6 A или 20 кэВ, что соответствует рентгеновскому диапазону энергий квантов.

3. Факторы, определяющие выбор материалов ОПЭ

Среди факторов, определяющих выбор материалов и конфигурацию ОПЭ, наиболее важными являются:

• эрозия и влияние атомов материалов на параметры реактора при их попадании в область удержания,

• возможность снятия потоков мощности при работе реактора,

• ограничения, связанные с накоплением трития в материалах реактора,

• деградация свойств материалов при нейтронном и плазменном облучении,

• остаточная активность материалов.

Для работы с тритием, нейтронами и активными изотопами необходимы специально аттестованные «горячие» лаборатории. В лаборатории «Обращенные к плазме элементы ТЯР» НИЯУ МИФИ исследуются первые три (и частично четвертый) из перечисленных факторов, причем способность материалов накапливать и удерживать тритий моделируется с помощью нерадиоактивных изотопов протия и дейтерия.

Эрозия и влияние атомов материалов на параметры реактора при их попадании в область удержания

Характер падающих на ОПЭ потоков частиц и мощности определяют выбор материалов ОПЭ и их конструкцию. Помимо съема мощности материалы ОПЭ не должны загрязнять дейтерийтритиевую плазму. В [1] показано, что лишь небольшая примесь в плазме элементов с высоким атомным номером Z резко увеличивает потери энергии из плазмы с тормозным излучением, которое квадратично зависит от Z. Поэтому не только расчеты, но и вся многолетняя практика термоядерных исследований показывает, что наилучшие параметры плазмы можно достичь, применяя материалы с малым атомным номером. Так, на американском токамаке TFTR температуру плазмы почти в 40 кэВ удалось достичь лишь после покрытия стенок литием. Этой же цели служат различные процедуры кондиционирования стенок путем их боронизации или применения для ОПЭ графитов. Однако средний атомный номер (среднее значение Z) плазмы зависит также от количества примесей, попавших в зону горячей плазмы. Последнее определяется не только эффективностью скреп-слоя, но и коэффициентом распыления материала стенок попадающими на них из плазмы частицами. Как известно [2, 4, 5], коэффициент физического (или кинетического) распыления немонотонно зависит от атомного номера материала (рис.16), немонотонно зависит от энергии (рис. 17) и имеет порог по энергии, ниже которого распыление материала (поверхность которого не находится в сильно возбужденном состоянии) отсутствует.



Рис. 16. Зависимость коэффициента распыления от атомного номера мишени (для ионов He⁺ с энергией 400 эВ)



Рис. 17. Расчетная зависимость коэффициентов физического распыления W различными ионами (пунктир) и ионами D различных материалов

Зависимость коэффициента распыления Y от массы атомов мишени M и энергии частиц в общем виде иногда аппроксимируется формулой:

$$Y = 6, 4 \cdot 10^{-3} \zeta^{5/3} M_2 \left(\frac{E}{E_{th}}\right)^{1/4} \left(1 - \frac{E_{th}}{E}\right)^{7/2}, \tag{6}$$

где E_{th} – энергия, соответствующая порогу распыления. Эта формула применима при $E/E_{th} < 20$. Порог распыления с точностью до множителя 2 может быть оценен из эмпирических соотношений:

$$E_{th} = \frac{U}{\zeta(1-\zeta)},$$
 при $M_1 \le 0, 3 \cdot M_2,$
 $E_{th} = 8 \cdot U \left(\frac{M_1}{M_2}\right)^{5/2},$ при $M_1 \ge 0, 3 \cdot M_2.$

Из рис. 17 и приведенных формул следует, что если, например, изготовить ОПЭ из вольфрама и обеспечить, чтобы энергия падающих изотопов водорода и гелия не превышала 100 эВ, то эрозии материала можно вообще избежать!

Для материалов, вступающих в химическое взаимодействие с водородом или содержащимся в виде примеси в плазме кислородом, существенно химическое распыление. Оно слабо зависит от энергии падающих частиц, но зависит от температуры поверхности. Особенно сильно химическое распыление водородом углеродосодержащих материалов, коэффициент которого уменьшается с ростом плотности падающего потока частиц (рис.18), так как не успевают образовываться соответствующие летучие углеводороды.

Коэффициент химического распыления графитов в водородной плазме (в стационарном режиме) может быть представлен в виде:

$$Y_{\text{chem}} = Y_{\text{surf}} + Y_{\text{therm}} (1 + DY_{\text{phys}}),$$

где Y_{surf} – коэффициент десорбции с поверхности образовавшихся на ней и потому слабосвязанных с ней углеводородов; Y_{surf} пропорционален концентрации углеводородов на поверхности и коэффициенту их физического распыления падающим потоком; Y_{therm} определяется скоростью образования комплексов CH_3 из промежуточных состояний углеродных атомов на поверхности с незаполненными водородом связями. Эта скорость, в свою очередь, помимо скорости собственно химической реакции зависит от сечений присоединения атома водорода к промежуточному состоянию комплекса, а также от сечения образования молекулярного водорода и соответственно, вероятности его термической десорбции. D – коэффициент, зависящий от массы изотопа водорода, $Y_{\rm phys}$ – коэффициент физического распыления. Общий коэффициент распыления равен сумме $Y_{\rm phys}$ и $Y_{\rm chem}$.



в зависимости от плотности падающего потока

От коэффициентов распыления материалов ОПЭ зависит не только возможность получения необходимых параметров плазмы, но и долговременная работоспособность реактора, Так как ОПЭ непрерывно распыляются падающими из плазмы частицами, например, нейтралами перезарядки, то при разработке ОПЭ необходимо заранее определять толщину «жертвенного слоя» материала, которую можно позволить до замены того или иного элемента.

Помимо физического и химического распыления существует еще много других механизмов, приводящих к эрозии материалов ОПЭ [2, 4]. Одними из них, которые характеризуются большим поступлением материала в камеру и оставляет глубокие следы на поверхности материалов, связан с возникновением *униполярных дуг* (рис. 19).



Рис. 19. Униполярные дуги на границе плазмы твердое тело и их движение в магнитном поле

Тепловая нагрузка и съем мощности в ОПЭ

На поверхность ОПЭ стационарного реактора приходят большие мощности, поэтому все обращенные к плазме элементы должны быть охлаждаемыми.

В общем случае уравнение теплового баланса для поверхности ОПЭ, облучаемой потоком частиц и излучения с плотностью мощности $q = q_{surf} + q_a + q_h + q_{hv}$, где q_{surf} – плотность мощности, поступаемая с ионами, q_a – мощность потока нейтралов перезарядки, q_{hv} плотность мощности электромагнитного излучения, q_n – плотность мощности, выделяемая в рассматриваемом элементе ОПЭ нейтронами, можно представить в следующем виде:

$$q = q_{\text{surf}} (1 - R_{Ei}) + q_a (1 - R_{Ea}) + q_e (1 - R_{Ee}) + q_{\text{hv}} (1 - R_{\text{hv}}) + q_n =$$

= $-k_t (dT/dx) + q_T + q_Y + q_V + q_r.$ (7)

Здесь R_{Ei} , R_{Ea} , R_{Ee} , R_{hv} – коэффициенты отражения энергии падающих из плазмы ионов, нейтралов перезарядки, электронов и электромагнитного излучения соответственно, k_t – коэффициент теплопроводности, q_T – мощность собственного теплового излучения поверхности, q_Y – плотность мощности, уносимой распыленными и десорбированными частицами, q_v – плотность потока энергии, расходуемой на испарение материала. Последний член q_r в выражении теплового баланса связан с возможной люминесценцией твердого тела.

Если помещенное в плазму тело разогрето до термоэмиссии, то в уравнении баланса (7) необходимо также учесть охлаждение за счет термоэмиссионных электронов

$$q_{\rm te} = j_{\rm te} (e\varphi + 2kT),$$

где j_{te} – плотность тока термоэмиссии, T – температура твердого тела.

В общем случае, когда ОПЭ облучается мощным потоком плазмы, уравнение (7), коэффициентами отражения можно пренебречь, а ОПЭ нагревается от комнатной температуры до допустимой при нормальной эксплуатации (т.е потерями энергии за счет сублимации, распыления и другими незначительными стоками энергии можно пренебречь), уравнение баланса можно записать в виде

$$q \approx -k_{\rm t} (dT/dx) + 5.67 \ 10^{-8} \varepsilon_{\rm T} (T_{\rm T}^4 - T_0^4) ({\rm Bt/m}^2)$$

в котором $\varepsilon_{\rm T}$ – коэффициент серости, который, вообще говоря, зависит от температуры. В случае неохлаждаемых элементов защита тайлами первой стенки осуществляется переизлучением. Поток тепла на первую стенку может быть существенно снижен за счет использования нескольких последовательно установленных экранов. Легко подсчитать, что при тепловой нагрузке 10 MBt/м² при $\varepsilon_{\rm T}$ = 1 температура поверхности должна составлять около 2000 °C.

На рис. 20 показано, как меняется допустимая плотность мощности от длительности воздействия для разных материалов. Там же показаны реально существующие нагрузки в современных токамаках и токамаках реакторных масштабов.

В случае, когда съем тепла происходит за счет теплопроводности, температура обращенной к плазме поверхности определяется коэффициентом теплопроводности, толщиной материала t и температурой на поверхности охлаждающего канала T_c :

$$T_s - T_c \approx \frac{qt}{k_t} \,. \tag{8}$$

Из рис. 21 видно, что при умеренных температурах наибольшей теплопроводностью обладает медь (и сплавы на ее основе), а также СС-композит (СFС). Однако при высоких температурах (T > 1500 K) высокую теплопроводность сохраняют лишь Мо и W.



Рис. 20. Зависимость допустимой мощности тепловой нагрузки ОПЭ из разных материалов от длительности воздействия для того, чтобы испарить специально не охлаждаемый материал



ис. 21. теплопроводность различных материало в зависимости от температуры

Так как допустимый градиент температуры согласно выражения (8) определяется как теплопроводностью, так и максимальной рабочей температурой, то максимальная мощность, которою можно снять с помощью этих материалов (при интенсивном охлаждении обратной стороны), сильно различается (рис. 22).



Рис. 22. Максимальная мощность, которую можно снять при интенсивном охлаждении мишеней из разных материалов

Так как тепловые нагрузки и условия работы первой стенки и дивертора сильно отличаются, то применяемые для ОПЭ материалы и требования к съему тепла различны (см. раздел 4).

Проблемы накопления трития в ОПЭ

При расчетном уровне термоядерной мощности ~ 500 МВт для горения DT реакции в течение 400 с. необходимо 400 г трития (1 е трития соответствует бета активности в 1,2 10^6 Бк), при 10 импульсах в день и допустимой «утечке» трития в 1 Бк в день необходимо, чтобы наружу (через теплоноситель или с выхлопом) выходило менее 10^{-7} ! Таким образом, из соображений радиационной безо-пасности и экономических соображений (1 г трития стоит ~ 80 тыс. долларов США) количество трития, которое может содержаться в материалах реактора, ограничено. Для реактора ИТЭР это количество определено в 700 г. После достижения этого предела реактор

должен быть остановлен и подвергнут процедуре удаления трития. Поэтому предел по накоплению трития является одним из очень серьезных требований к материалам ОПЭ. Такое накопление возможно при прямом внедрении ионов или нейтралов перезарядки с последующим захватом в ловушки, создаваемые нейтронным облучением. Однако, как показали эксперименты, или наличия водородоактивных материалов, таких как графит, происходит образование газообразных углеводородов, попадание их в периферийную плазму, перенос и осаждение в других местах реактора. Из-за неравномерного распределения температур по поверхности ОПЭ осаждение происходит в «холодных» участках: в тени диафрагм или в щелях на поверхности ОПЭ при ее специальном профилировании с разделением на небольшие участки с тем, чтобы они могли выдерживать без разрушения большие тепловые нагрузки. Поэтому элементы разрядных камер установок, изготовленных из других материалов, в местах, где осаждение преобладает над распылением, оказываются покрытыми углеводородными пленками с высоким содержанием изотопов водорода (0,4-0,6).

Следует иметь в виду, что накопление водорода в материалах зависит от их температуры. Чем выше температура, тем меньше содержание захваченного водорода (рис.23), поэтому оценки количества захваченного трития должны учитывать не только плотно-



Рис. 23. Количество захваченного дейтерия в различные материалы в зависимости от температуры их облучения

сти падающих потоков, тип материала, возникновение и отжиг в нем радиационных дефектов, но и температуру. Многочисленные экс-

Многочисленные эксперименты и модели накоплении трития позволили оценить количество рабочих импульсов ИТЭР в случае изготовления ОПЭ из тех или иных материалов или их комбинаций, при которых будет достигнут предел по тритию (рис. 24). По этим оценкам выходит, что при изготовлении всех ОПЭ из графитов можно рассчитывать всего на 50–100 импульсов установки.

Есть еще одно важное для нормальной работы ОПЭ свойство материалов. При работе установки под действием больших тепловых нагрузок и переходных режимах, при ELMax I рода или при срывах



ИТЭР для достижения предела по содержанию трития в зависимости от применения ОПЭ из различных материалов

плазмы материалы не должны плавиться. Рис. 21 дает представление о температурах плавления различных материалов. Самым высокотемпературным является графит, но он вообще не плавится, а при высоких температурах возгоняется. Поэтому естественно желание конструкторов в самых неблагонадежных с точки зрения плотности тепловой мощности местах использовать этот удобный материал.

Все рассмотренные выше факторы и предопределили выбор материалов ОПЭ реактора ИТЭР. Облицовка первой стенки (~700 м²), подвергаемая бомбардировке нейтралами перезарядки и потому распыляемая под их действием, изготовлена из бериллия, обладающего низким атомным номером и плохо удерживающего водород. Для входной части дивертора и купола межу «ногами» дивертора, на которые приходят большие потоки мощности плазмы скреп-слоя и где температура пристеночной плазмы может быть снижена до значений, определяющих энергию изотопов водорода и гелия ниже порога распыления, используется вольфрам (100 м²). И лишь в местах максимума тепловой нагрузки (~ 50 м²) применен СС-композит.

Таким образом, в настоящее время выбор материалов реактора представляет собой временный компромисс между достаточно

противоречивыми требованиями, который непрерывно подвергается ревизии со стороны различных научных групп, уточняющих положительные и отрицательные качества применяемых материалов и их композиций, неизбежно образующихся в реакторе из за переноса в нем вещества ОПЭ.

4. Конструкция ОПЭ

Конструкция разрядной камеры токамака-реактора достаточно сложная (рис. 25), так как внутри нее должны размещаться элементы дивертора и бланкет для снятия тепловой мощности, а также должны быть предусмотрены патрубки для ввода пучков при нагреве плазмы и для ее диагностики.



Рис. 25. Конструкция элемента вакуумной камеры ИТЭР

На рис. 26 показана конструкция первой стенки вместе с элементами бланкета. Модуль (всего 440) бланкета устанавливаемый с отлеляемыми элементами первой стенки с Ве покрытием толщиной 1 см на охлаждаемой водой мелной подложке (толшина 1 см). прикреплена к стальному каркасу толщиной 10 см. Толщина всего модуля – 45 см. Охлаждение бланкета смонтировано на вакуумной камере.

Первоначальный устанавливаемый бланкет выполняет только защитную функцию от потока нейтронов, в дальнейшем будут проведены эксперименты с воспроизводством трития.

Сегмент первой стенки, состоящий из множества элементов, изображенных на рис. 26, показан на рис. 27. Там же показано, как осуществляется охлаждение первой стенки. Охлаждающие патрубки проходят через вакуумную камеру, затем осуществляется охла-

ждение бланкета, а бланкет, в свою очередь, гидравлически соединен с элементом первой стенки. Причем температура воды на входе составляет 100 °C. При обезгаживании стенок вода подается уже при T = 200 °C и при давлении 2,4 МПа. Таким образом, рабочая температура стенок ~ 200 °C.



Рис. 26. Конструкция внутренней части разрядной камеры с бланкетом и элементами первой стенки





Рис. 28. Сегмент первой стенки с облицовкой из бериллия. Справа показана схема гидравлических соединений системы охлаждения первой стенки

Диверторы современных больших токамаков (рис. 29) имеют различную конфигурацию, но все они достаточно похожи.



Рис. 29. Диверторы крупных действующих токамаков и ИТЭР

Дивертор ИТЭР состоит из вертикальных мишеней и расположенного в центре купола (dome). Так как элементы дивертора подвержены наибольшей эрозии, то они сконструированы в виде 54 сменных автономных кассет (рис. 30), которые можно периодически заменять.



Рис. 30. Конструкция сменного элемента дивертора ИТЭР
Для снятия большой приходящей на дивертор мощности используется вода под давлением 4,2 МПа (рис. 31) при T = 100 °C при общем расходе около 1т/с. Для детритизации предусмотрен прогрев до 350 °C при пропускании гелия или азота под давлением 1 МПа.



Рис. 31. Система охлаждения дивертора (стрелками показано направление воды)

При больших градиентах температуры, возникающих при больших тепловых нагрузках, материал начинает растрескиваться из-за разницы теплового расширения нагретой и охлаждаемой части. С целью увеличения предельно допустимых для материала заданной толщины тепловых нагрузок поверхность профилируют в виде тонких разрезов в двух взаимно перпендикулярных направлениях (рис. 32 и рис. 33). Необходимый в данном ОПЭ материал напаивают через материал с высокой теплопроводностью с тем, чтобы осуществить максимальный теплосъем.



Рис. 32. Различные варианты элементов дивертора, обеспечивающие снятие больших тепловых нагрузок



Рис. 33. Элемент мишени дивертора, верхняя часть которого изготовлена из вольфрамовых элементов, а нижняя из СС-композита

На рис. 34 показан проект конструкции старт лимитера ИТЭР.



Рис. 34. Конструкция старт лимитера ИТЭР, смонтированного в экваториальном патрубке

Центральная часть этого лимитера размером 1,65 м в тороидальном и 2,1 м в полоидальном направлениях подвижна. Такие лимитеры, установленные в противоположных патрубках разрядной камеры, предотвращают контакт плазмы с первой стенкой в начале разряда, когда образующий основную винтовую конфигурацию магнитного поля ток плазмы еще не сформирован. Поверхность этого лимитера изготовлена из бериллия толщиной 2 мм и выдерживает тепловую нагрузку до 8 МВт/м².

Еще одним важным функциональным ОПЭ являются *диагностические зеркала*, без помощи которых диагностика плазмы в реакторе практически невозможна, так как, только передавая изображение через перископическую систему за пределы нейтронной защиты реактора, можно измерять покидающие плазму различные виды излучения и производить ее зондирование. Для того, чтобы уменьшить воздействие плазмы на отражающую поверхность металлических зеркал, они отделены от плазмы диафрагмами с отверстиями, через которые на них попадает излучение. Поэтому их поверхность может подвергаться облучению нейтралами перезарядки или осаждению пленок примесей. Проблема деградации диагностических зеркал еще ждет своего решения как и проблема выбора материалов ОПЭ при более высоких, чем в ИТЭР тепловых и радиационных нагрузках в реакторах следующего поколения.

Список рекомендуемой литературы

1. Жданов С.К., Курнаев В.А., Романовский М.К., Цветков И.В. Основы физических процессов в плазме и плазменных установках: учебное пособие. М.: МИФИ, 2007.

2. Курнаев В.А. Взаимодействие плазмы с поверхностью: учебное пособие. М.: МИФИ, 2003.

3. Готт Ю.В., Курнаев В.А., Вайсберг О.Л. Корпускулярная диагностика лабораторной и космической плазмы. М.: МИФИ, 2008.

4. Беграмбеков Л.Б. Процессы в твердом теле под действием ионного и плазменного облучения: учебное пособие. М.: МИФИ, 2003.

Работа 1

ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАХВАТА ЧАСТИЦ В ТВЕРДОЕ ТЕЛО

Цель: ознакомление с физическими основами термодесорбционной спектроскопии, приобретение навыков проведения термодесорбционного анализа на экспериментальной установке «ТДСстенд» и анализа спектров термодесорбции.

Введение

Термодесорбционная спектроскопия (ТДС) – один из методов исследования взаимодействия газа с твердым телом. Он основан на нагреве исследуемого образца и регистрации частиц, выходящих из него при нагреве. Частицы могут оказаться в твердом теле в результате различных процессов – это может быть, например, ионное внедрение или захват из плазмы, адсорбция и/или абсорбция из газа, поглощение газа в процессе изготовления материала. ТДС дает информацию о механизмах десорбции внедренных частиц, энергии их связи в ловушках, концентрации ловушек, полном количестве захваченных частиц и т.д.

Основы ТДС

Частицы, адсорбированные на поверхности или захваченные внутри твердого тела, обладают определенной энергией связи, и для их десорбции необходима некая энергия активации. Для десорбции частиц из твердого тела обычно используют термический нагрев. По мере увеличения температуры атомы захваченного газа десорбируются в вакуум, где они регистрируются массспектрометром.

Обычно ТДС-эксперимент проводят одним из двух способов: а) быстро увеличивая температуру образца (так называемая импульсная десорбция), б) плавно изменяя температуру образца; в этом случае температура может либо расти по какому-то неконтролируемому закону, либо увеличиваться линейно с помощью системы обратной связи (программируемая десорбция)

Импульсная десорбция производится при быстром подъеме температуры образца (менее чем за 0,5 с). В этом случае скорость десорбции намного больше, чем скорость откачки газа из вакуумной камеры, т.е. откачка, фактически, отсутствует. При импульсной десорбции (рис. 1,а) давление в камере быстро возрастает до некоторого уровня, который характеризует количество выделившихся из образца частиц.

При программируемой термодесорбции температура образца поднимается медленно (от 10 с до нескольких часов). В этом случае газ, выходящий из образца, быстро удаляется системой откачки. Если все десорбируемые частицы имеют одинаковую энергию связи, то зависимость давления от времени имеет форму пика. Если есть несколько энергий связи, то термодесорбционная кривая состоит из нескольких пиков, поэтому ее называют термодесорбционным спектром (рис. 1.1,6).



Рис. 1.1. Пример импульсной десорбции (*a*) и температурнопрограммируемой десорбции (*б*)

В данной работе будет изучаться только второй метод проведения ТДС как наиболее распространенный при исследовании захвата газов в материалы для термоядерных реакторов.

Качественный анализ ТДС спектров

Давление *P* в вакуумном объеме *V* в каждый момент времени определяется потоком частиц, десорбирующихся из образца, и по-

током частиц, откачиваемых насосом. Из закона сохранения массы можно определить скорость газовыделения:

$$Q = k \left(Sp + V \frac{dp}{dt} \right), \tag{1.1}$$

где Q, [част/с] – поток газа из образца; S, [л/с] – скорость откачки газа из камеры; p, [торр] – разница между значениями текущего и базового давления; V, [л] – объем камеры; $k = 3,5 \cdot 10^{19}$ част/торр·л – коэффициент перевода количества частиц из вакуумных единиц (л.торр) в обычные.

Поток десорбции описывается уравнением Аррениуса:

$$Q = -\frac{dn}{dt} = n^x v_x \lambda \ e^{-\frac{E_d}{kT}}, \qquad (1.2)$$

где n(t) – концентрация частиц на поверхности (здесь предполагается, что, как только частица выходит из ловушки, она очень быстро попадает на поверхность, откуда может десорбироваться в вакуум), v_x – частотный фактор, x – порядок реакции. Как правило, для термодесорбции x принимает значения 1 или 2. Первый порядок реакции (x = 1) означает, что с поверхности уходит одна частица А. В этом случае скорость десорбции линейно зависит от числа участвующих в десорбции частиц. Второй порядок реакции (x = 2) означает, что перед десорбцией в вакуум частицы должны объединиться ($A+B\rightarrow AB$) и только затем десорбироваться. Время объединения может быть медленным по сравнению со временем подхода частицы к поверхности. Вероятность такого процесса определяется произведением концентрации частиц A и B на поверхности. Условие максимума десорбции частиц можно получить, дифференцируя (1.2) и полагая $d^2n/dt^2 = 0$ при $T = T_{max}$:

$$\frac{E_d}{kT_{\max}^2} = x n_{\max}^{x-1} v_x \frac{dt}{dT} e^{-\frac{E_d}{kT_{\max}}}.$$
(1.3)

Из этого равенства, зная v_x температуру максимума и закон изменения температуры, можно определить неизвестную величину E_d . При десорбции первого порядка концентрация частиц *n* на поверхности не входит в уравнение (1.3), поэтому положение пика в спектре не зависит от начальной концентрации частиц. Десорбция второго порядка определяется по сдвигу пика при изменении *n*. В общем случае, кривые десорбции второго порядка симметричны относительно T_{max} , поэтому $n_{\text{max}} = n_0/2$, где n_0 – начальная концентрация частиц на поверхности. Пример пиков десорбции первого и второго порядков приведен на рис. 1.2.



Рис. 1.2. Пример ТДС спектров с пиками первого (β₁) и второго (β₂) порядка десорбции

На самом деле, величины v_x точно не известны, поэтому энергию активации десорбции можно определить из экспериментов с изменением скорости нагрева образца при постоянной начальной концентрации частиц. Дифференцирование уравнения (1.3) дает

$$\frac{d\ln\left(T_{\max}^2\frac{dt}{dT}\right)}{d\left(\frac{1}{T_{\max}}\right)} = \frac{E_d}{k}.$$
(1.4)

Таким образом, E_d можно определить из наклона графика $\ln(T_{\max}^2 dt/dT)$ от $1/T_{\max}$. Тогда v_x можно найти, подставив E_d в уравнение (1.3).

Для десорбции второго порядка E_d также можно найти по измерению сдвига T_{max} с изменением n_0 при постоянной скорости нагрева – график зависимости $\ln(n_0 T_{\text{max}}^2)$ от $1/T_{\text{max}}$ будет иметь наклон E_d/k .

Количественный анализ ТДС спектров

Для того, чтобы узнать, сколько частиц захватилось в твердом теле и в каждый тип ловушек, необходимо извлечь из спектра ТДС абсолютные величины. Интеграл от всего спектра по времени дает полное количество частиц, вышедших из образца во время нагрева. Следует отметить, что количественный анализ термодесорбционных спектров сложен и нуждается в особом внимании. Типичные сложности при проведении таких экспериментов – идентификация молекул с одинаковыми массами, соотношение между ионным током в масс-спектрометре и реальными концентрациями газов, учет формирования новых соединений в ионном источнике массспектрометра, влияние стенок вакуумной камеры, однородность температуры нагреваемого образца и т.д.

ТДС-стенд

Термодесорбционные эксперименты проводятся на высоковакуумной установке «ТДС-стенд». Стенд позволяет относительно быстро проводить качественные и количественные измерения захвата частиц в твердое тело. При работе с установкой необходимо четко представлять, как работают вакуумные насосы, и понимать принцип действия всех измерительных приборов. Недостающие знания можно почерпнуть из учебников по вакуумной технике.

Схема установки представлена на рис. 1.3. Камера (цилиндр диаметром 150 мм и длиной 230 мм, объемом около 4,1 л), снаружи прогреваемая нагревательной лентой для дегазации внутренних стенок, откачивается безмасляными форвакуумным и турбомолекулярным насосами, а также магниторазрядным насосом.



Рис. 1.3. Схема ТДС стенда: 1 – форвакуумный насос; 2 – турбомолекулярный насос; 3 – магниторазрядный насос; 4 – азотная ловушка; 5 – клапан; 6 – угловой клапан; 7 – проходной клапан; 8 – натекатель; 9 – баратрон; 10 – квадрупольный масс-спектрометр; 11 – электричекая магниторазрядная лампа; 12 – основная камера; 13 – загрузочная камера; 14 – камера для клибровки; 15 – баллон с D₂; 16 – W нагреватель; 17 – охлаждаемые токовводы; 18 – образец; 19 – ввод движения; 20 – термопара; 21 – источник тока; 22, 23 – ЦАП и АЦП; 24 – компьютер

В состав стенда также входит дополнительный объем для калибровки с двумя прецизионными натекателями и датчиком давления типа баратрон. Квадрупольный масс-спектрометр (QMS) для газоанализа всегда находится под вакуумом и не открывается на атмосферу. Камера с помощью проходного клапана соединена с камерой для загрузки образцов. Камера загрузки также откачивается турбомолекулярным насосом. Для улучшения откачки паров воды и углеводородов в ней используется азотная ловушка. Образец перемещают через проходной клапан с помощью сильфонного ввода движения (ход 250 мм). Давление в камере для загрузки контролируется магнитным электроразрядным преобразователем. Для получения сверхвысокого вакуума необходимо длительно прогревать установку при температурах до 200 °C. На рис. 1.4 показан пример спектра остаточного газа после прогрева при 200 °C.



Рис. 1.4. Спектр остаточного газа. Давление водорода 1.6·10⁻⁹ торр

Обычно экспериментальная процедура состоит в следующем. Перед экспериментом (М/q_м) по измерению ТДС камера измерений и нагреватель образца прогреваются. В это время образец находится в откачиваемой камере для загрузки. Затем проходной клапан между камерами открывается, образец опускается в область нагрева и линейно нагревается с заданной скоростью до максимальной температуры. Во время измерений магниторазрядный насос закрыт для устранения влияния на измерения эффекта образования в нем углеводородов. Скорость нагрева обычно составляет 2 К/с, а максимальная температура нагрева 1600÷1700 К. Образец греется излучением с U-образного нагревателя, закрепленного на охлаждаемых токовводах. Нагреватель вырезан из вольфрамовой фольги толщиной 20 мкм и расположен в центре камеры. Образец подвешен на вольфрам-рениевой термопаре (W+5%Re - W+20%Re), с помощью которой измеряется его температура. В камере имеется окно для наблюдения за нагревателем и образцом во время движения последнего в нагреватель и во время нагрева. Напряжение на концы нагревателя подается несколькими источниками питания (0÷6 В, 0÷40 А), включенными параллельно. Температура образца регулируется по отрицательной обратной связи, которая реализуется с помощью ПИД алгоритма, написанного в Labview. Управляющий сигнал на источники тока и сигнал с термопары обрабатываются компьютером с помощью ЦАП и АЦП соответственно. После каждого эксперимента проводится контрольная калибровка чувствительности QMS по дейтерию.

Калибровка

Для определения абсолютного значения количества вышедших частиц предусмотрена система калибровки. Суть проведения калибровки – получение коэффициента, связывающего полное количество ионов, зарегистрированных масс-спектрометром, с полным количеством атомов (молекул), вышедших из образца.

Схема калибровки показана на рис. 1.5. Здесь V_1 – измерительная камера, V_2 – калибровочная камера, отделенная от измерительной камеры и баллона с газом двумя прецизионными натекателями.

Если в камеру V_1 , которая была первоначально откачана до не-



Рис. 1.5. Схема для проведения калибровки

которого базового давления, за счет термодесорбции поступает дополнительный поток газа Q, то поток газа и разница p между значениями текущего и базового давления, связаны соотношением (1.1).

Если предположить, что скорость откачки велика, так что

$$Sp \gg V_1 \frac{dp}{dt},$$
 (1.5)

то превышение давления над базовым давлением пропорционально дополнительному потоку в газовыделения из образца в камеру:

$$p \approx k \frac{Q}{S}.$$
 (1.6)

Будем считать, что давление газа пропорционально ионному току в масс-спектрометре:

$$p = k_a I, \tag{1.7}$$

где I [A] разница между текущим сигналом масс-спектрометра и базовым сигналом, k_q [торр/А] – величина, обратная чувствительности, которая зависит от скорости откачки S, проводимости трубопроводов, соединяющих масс-спектрометр с камерой, коэффициентом адсорбции молекул газа на стенках и т.д.

Таким образом, поток газа и сигнал масс-спектрометра связаны как

$$Q = kk_q SI. \tag{1.8}$$

Полное количество частиц, десорбировавшихся из образца

$$N = \int_{0}^{t} \frac{dN}{dt} dt = \int_{0}^{t} Q(t) dt = kk_q S \int_{0}^{t} I(t) dt .$$
(1.9)

Произведение $k_q S$, необходимое для определения N, находят с помощью калибровки.

QMS калибруется с помощью датчика абсолютного давления типа баратрон. Схема калибровки показана на рис. 1.2. Объемы V_1 и V_2 (около 4,1 л и 5,74·10⁻² л соответственно) откачиваются до давления 10⁻⁹÷10⁻⁸ торр (натекатель L_1 открыт, а натекатель L_2 закрыт). Затем натекателем H_2 выставляется некий поток дейтерия Q_0 (который выбирается близким к максимальной скорости десорбции во время ТДС) и записывается соответствующее значение ионного тока QMS I_0 . Поток дейтерия и сигнал масс-спектрометра связаны соотношением

$$Q_0 = kk_q SI_0. \tag{1.10}$$

После этого натекатель L_1 закрывается, что приводит к росту давления в объеме V_2 за счет потока q_0

$$Q_0 = kV_2 \frac{dp}{dt}.$$
 (1.11)

Таким образом, произведение $k_q S$ можно найти по формуле

$$k_q S = \frac{V_2 dp}{I_0 dt}.$$
(1.12)

Измеренные значения коэффициентов $k_q S$ для H₂ и D₂ в установке равны $3,3\cdot10^5$ и $7,5\cdot10^5$ л.торр/А·с соответственно.

Задание

1. Загрузить исследуемый образец в шлюзовую камеру.

2. Закрыть выход ТМН, откачивающего основную камеру.

3. Открыть выход ТМН, откачивающего шлюзовую камеру, откачать ее на форвакуум.

4. Запустить ТМН в шлюзовой камере.

5. Включить магниторазрядный манометр; убедиться, что давление в шлюзовой камере не больше 10^{-5} торр.

6. Открыть выход ТМН, откачивающего основную камеру.

7. Дождаться, пока давление в шлюзовой камере опустится до 10⁻⁶ торр.

8. Включить квадрупольный масс-спектрометр, запустить сканирование спектров в режиме с ВЭУ, подождать в течение 15 мин, пока ВЭУ прогреется.

9. Включить блоки ЦАП/АЦП, блоки питания нагрева образца. Включить водяное охлаждение токовводов.

10. При необходимости прогреть нагреватель до максимальной температуры.

11. Открыть проходной клапан, связывающий основную камеру с шлюзовой.

12. Опустить образец в область нагрева.

13. Начать запись сканирования квадрупольным массспектрометром спектров необходимых масс во времени.

14. С помощью ПИД регулятора линейно нагреть образец с необходимой скоростью.

15. Провести калибровку измерений согласно разделу «Калибровка».

16. Поднять образец в шлюз.

17. Закрыть проходной клапан, связывающий основную камеру с шлюзовой.

18. <u>Закрыть выход ТМН</u>, откачивающего шлюзовую камеру, выключить ТМН, магнитно-разрядный преобразователь.

19. Дождаться, пока ТМН остановится, напустить в шлюзовую камеру атмосферу.

Построить полученные спектры термодесорбции всех масс, объяснить поведение спектров для каждой массы.

1. Обработать калибровочные измерения, подсчитать полное количество внедренных в образец частиц, используя данные калибровки.

2. Расшифровать спектр остаточного газа в вакуумной камере.

Все полученное изложить в отчете.

Контрольные вопросы

3. Каков принцип действия квадрупольного масс-спектрометра, датчика абсолютного давления баратрон, магниторазрядного манометра?

4. Почему для получения сверхвысокого вакуума надо греть стенки вакуумной камеры?

5. Что такое порядок реакции десорбции? Как из спектра ТДС определить порядок десорбции?

6. Какие существуют способы определения энергии связи частиц в твердом теле с использованием ТДС?

7. Поток десорбции частиц (см. (1.2)) пропорционален больцмановскому фактору, являющемуся монотонно возрастающей функцией температуры поверхности. Объяснить наличие максимума в термодесорбционном спектре при медленном нагреве образца.

8. Какие стадии проходит частица, захваченная в твердом теле, до попадания в регистрирующее устройство масс-спектрометра?

Работа 2

УДАЛЕНИЕ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА ИЗ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ТЯР (КОНДИЦИОНИРОВАНИЕ) С ПОМОЩЬЮ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ

Цель: ознакомление с принципами и физическими явлениями, сопровождающими кондиционирование обращенных к плазме элементов термоядерных установок

Введение

В токамаках основной примесью в горячей плазме является кислород и углерод, которые при разрядах большой длительности или мощности десорбируются со стенок установки и поступает в плазму. В результате, значительно растут радиационные потери из плазмы. Во многих случаях происходит срыв плазмы на стенку вакуумной камеры.

Другая не решенная до сих пор проблема связана с накоплением изотопов водорода в материалах вакуумной камеры токамака. Это приводит к неконтролируемой десорбции дейтерия (или трития) со стенок камеры в плазму. С точки зрения безопасности, накопление трития в элементах токамака выше порогового уровня (зависит от размеров токамака) приведет к остановке эксплуатации установки из-за соображений радиационной безопасности.

Для уменьшения десорбции примесей в плазму перед «выстрелами» проводится процедура очистки стенок и элементов вакуумной камеры, называемая кондиционированием. Кондиционирование проводится с помощью вспомогательных разрядов, сопровождающихся облучением поверхности компонентами плазмы или осаждением на стенки хорошо адсорбирующего примеси слоя из материала с малым атомным номером (карбонизация, боронизация, литизация).

В общем случае, кондиционирование применяется для ускорения откачки различных вакуумных систем, которые по разным причинам не могут прогреваться до температур, порядка 300 – 400°С. (В том случае, когда поверхность камеры подвергалась бомбардировке высокоэнергетичными (~кэВ) ионами или нейтралами из плазмы, для полного удаления атомов, внедренных в глубокие слои материала, может потребоваться прогрев до температур порядка 600 – 1000 К, что практически неприменимо для большинства установок. В этом случае, единственным методом, позволяющим уменьшить концентрацию нежелательных примесей в поверхности, является ионная бомбардировка приводящая к распылению поверхности. Наиболее распространенный вид кондиционирования это тлеющий разряд. Тип и параметры разряда при кондиционировании выбираются в зависимости от природы загрязнений поверхности и особенностей конструкции установки.

Для определения оптимальных условий кондиционирующего плазменного разряда проводятся исследования, состоящие из предварительного облучения поверхности материалов потоком частиц, содержащих примеси, и последующего цикла чистящего разряда или разрядов. В процессе предварительного облучения достигается заданная концентрация примесей на поверхности. В цикле очистки варьируются параметры разряда, такие как энергия ионов (и их соотношение с электронами), доза ионов, плотность потока, температура поверхности.

Лабораторная работа проводится на установке «Многофункциональный Исследовательский Комплекс Масс-спектрометрического Анализа» (МИКМА) кафедры «Физика плазмы» и состоит из трех частей:

1. Исследование работы низкотемпературного плазменного разряда с горячим катодом.

2. Газовый масс-спектрометрический анализ элементов, выделяющихся с поверхности материалов при плазменном облучении частицами различных газов.

3. Термодесорбционный анализ материалов после плазменного облучения.

В течение занятия студенты выполняют две части работы. Перед выполнением работы студенты должны изучить описание лабораторной работы, ознакомиться с устройством и основными параметрами установки.

2.1. Установка газового масс спектрометрического анализа

Установка газового масс спектрометрического анализа предназначена для ионно-пучкового и плазменного облучения поверхностей твердых тел. В процессе облучения образцов измеряются парциальные давления газов. После облучения образцы анализируются методом термодесорбционной спектрометрии без их выноса на атмосферу.

2.1.1. Основные узлы установки

Установка (рис. 2.1,а) состоит из шлюзовой камеры (1), камеры ионно-пучкового облучения (2), камеры плазменного облучения (3), камеры термодесорбционного анализа (4), системы ввода и крепления образца (5), системы напуска газов (6), системы вакуумной откачки, блоков питания и управления установкой.

Шлюзовая камера позволяет вводить и выводить образец из установки без ее развакуумирования. Уплотнение (1–1) позволяет перемещать ввод образца (5) из одной камеры в другую.

Камера ионно-пучкового облучения (2) служит для облучения образца сильноточным ионным пучком. Ионный пучок формируется ионным источником (2–1), электростатической система ускорения, фокусировки и торможения ионов (2–2).

В камере плазменного облучения (3) проводится облучение образца ионами и электронами, вытягиваемыми из плазменного разряда. В камере установлены накальный катод (3–1), анод (3–2), зонд Ленгмюра (3–3) и защитный кожух (3–4), предотвращающий узел крепления образца от облучения плазмой. На внешней стороне камеры установлены вентиляторы (3-5), охлаждающие камеру при горении разряда.

Камера термодесорбционного анализа (ТДС) (4) предназначена для программируемого нагрева образца и записи спектров выделяющихся при этом газов, которые регистрируются с помощью квадрупольного масс-спектрометра (4–1). ТДС камера соединена с плазменной через натекатель (4-2), позволяющий контролировать состав газа при горении разряда. Камера имеет водяное охлаждение, поддерживающее ее температуру при любой температуре образца на уровне 15 \pm 5 °С.

Узел ввода и крепления образца (5) предназначен для установки образца (5–1) в специальный держатель (рис.1б) и перемещения образца из одной камеры в другую. Узел состоит держателей образца (5–2), муфт (5–3), термопары образца (5–4), нагревателя об-

разца (5–5) и преднагревателя (5–6). Держатели образца и оба нагревателя выполнены из вольфрамовой проволоки Ø0,3 мм, которая закреплена в муфтах (5-3). Конструкция узла обеспечивает температуру образца 1000 К при прогреве в постоянном режиме, и на короткое время позволяет ее поднимать до 1800 К. Преднагреватель (5–6) служит для обезгаживания элементов узла перед проведением ТДС анализа.

Дополнительная термопара (5–7), установленная на электрическом вакуумном вводе узла, измеряет температуру мест соединения электрического ввода и термопары образца, и используется для коррекции показаний температуры образца.

Система напуска газа (6) служит для управляемого напуска рабочего газа в плазменную камеру и ионный источник.

Блоки питания (на рис. 2.1 не показаны) служат для подачи напряжения на ионный источник, накальный катод и анод плазменной камеры, на образец для помещения его под необходимый потенциал.

2.1.2. Система вакуумной откачки

Система откачки состоит из трех высоковакуумных насосов, четырех форвакуумных, системы вакуумопроводов и датчиков давления.

Шлюзовая камера откачивается после открытия на атмосферу с помощью форвакуумного насоса (ФН) (2–6) производительностью 5 л/с через клапан (1–1) и азотную ловушку (1–2). Азотная ловушка предотвращает проникновение масляных паров в элементы установки при откачке шлюзовой камеры ФН. В камере установлено уплотнение (1–3), позволяющее перемещать ввод образца (5) в требуемую камеру без развакуумирования установки. Термопарная лампа (1–4) показывает давление в шлюзовой камере. Клапан (1–5) служит для напуска воздуха при открытии шлюза на атмосферу.

Шлюзовая камера и камера ионно-пучкового облучения разделены между собой проходным клапаном (7). При открытии шлюзовой камеры на атмосферу клапан (7) закрывается, оставляя другие части установки под вакуумом. В обычном режиме, когда клапан (7) открыт, шлюзовая камера откачивается на высокий вакуум (BB) системой откачки камеры ионно-пучкового облучения.



Рис. 2.1. Схема установки (а), расположение образца (б)

Камера ионного источника (2) и ионный источник откачиваются двумя независимыми системами откачки. Между камерой (2) и ионным источником (2–1) установлена диафрагма.

Такая конфигурация позволяет получить вакуум порядка 10^{-5} Торр в области расположения образца, притом, что при работе ионного источника в нем поддерживается давление порядка 5×10^{-3} Торр.

Камера ионного источника подсоединена через шибер (2–3) к диффузионному насосу (ДН) (2–4) конического типа производительностью 500 л/с. Насос снабжен азотной ловушкой масляных паров (2–5). ДН подсоединен к ФН (2–6) через форбаллон (2–7) и клапан (2–8). Давление в камере (2) измеряется по датчикам (1–4) и (1–5), установленным в шлюзовой камере. При залитой азотной ловушке давление в камере составляет 1×10⁻⁶ Торр. Ионный источник через угловой клапан (2–9) откачивается турбомолекулярным насосом (ТМН) (2–10) производительностью 70 л/с. Давление в ионном источнике контролируется с помощью термопарного (2–11) и магниторазрядного (2–12) датчиков. При откачке ионного источника на ВВ давление в нем составляет порядка 10⁻⁷ Торр. ТМН (2–10) через клапан (2–13) откачивается ФН (2–14). Давление на форлинии ТМН (2–10) измеряется термопарной лампой (2–15).

Камера плазменного облучения (3) подсоединена к камере ионно-пучкового облучения (2) и при получении ВВ откачивается ДН (2–4) через камеру (2). Камера откачивается до предельного вакуума 2×10^{-6} торр. При горении разряда плазменная камера через клапан (3–6) может подсоединяться к ДН (2–4) по обходному каналу (3–7) с пониженной скоростью откачки (10 л/с). Такая схема позволяет работать в экономичном режиме расхода газа. При горении разряда давление рабочего газа составляет (5–10)×10⁻³ Торр в зависимости от типа газа.





При обычном режиме откачки концентрация примесей в плазме не превышает 0,1–0,3 %, при работе с обходной откачкой это значение может подниматься до 1–2 %. Контроль давления в плазменной камере осуществляется с помощью термопарного датчика (3–8), ионизационного (3–9) и датчика Пеннинга (3–10).

Камеры плазменного облучения и ТДС анализа разделены проходным клапаном (8). С его помощью в ТДС камере при любых условиях в других частях установки может сохраняться высокий вакуум.

ТДС камера (4) откачивается ТМН (4–3) производительностью 750 л/с через шибер (4–4). Предельный вакуум в камере достигает 3×10^{-7} Торр. ТМН (4–3) через клапаны (4–5) и (4–6) соединен с ФН (4–7), оснащенным водяной ловушкой масляных паров. Откачка камеры на форвакуум осуществляется при помощи ФН (4–7) через клапан (4–8). При ТДС анализе, когда ввод образца находится в ТДС камере и клапан (7) открыт, разделение плазменной и ТДС камер по высокому вакууму осуществляется с помощью уплотнения (4–9). Для анализа состава остаточных газов при горении разряда или при работе ионного источника используется специальный канал (4–10) с регулируемым клапаном (4–2), соединяющий плазменную и ТДС камеры. Для контроля давления в ТДС камере служит ионизационный преобразователь (4–11).

Напуск газа осуществляется пьезоэлектрическими натекателями (6-1) и (6-2), подсоединенными к плазменной камере и ионному источнику. К натекателям газ подается из баллона высокого давления (10-15 атм) (6-3) через балластный баллон (6-4) и газовой редуктор (6-5). Система напуска газа имеет возможность откачки от ФН (6-6) через клапан (6-7). Для контроля давления в балластном объеме установлен манометр (6-8), измеряющий давление как ниже, так и выше атмосферного.

Все камеры установки, в том числе и ТДС камера, имеют возможность прогрева до температуры 400 °С.

2.1.3. Принцип действия установки

Ионы, образующиеся в ионном источнике (1), ускоряются и фокусируются в пучок электростатической системой источника. Далее энергия ионов уменьшается в системе торможения (2) и пучок бомбардирует образец (5–1).

В плазменной камере образец облучается частицами (ионы и электроны), вытягиваемыми из плазмы газового разряда. Энергию частиц можно менять, подавая соответствующее напряжение на образец. С помощью нагревателя температура образца может варьироваться в интервале от 400 К до 1600 К. В процессе облучения газовыделение с образца контролируется с помощью массспектрометра, подсоединяемого к плазменной камере по дифференциальной схеме откачки.

Облученный или необлученный образец можно проанализировать методом термодесорбционной спектрометрии в высоковакуумной камере. Десорбирующиеся из образца газы регистрируются масс-спектрометром. Программируемый нагрев образа осуществляется с помощью нагревателя.

2.2. Изучение газовыделения с поверхности масс-спектрометрическими методами при ее плазменном облучении

2.2.1. Метод газовой масс-спектрометрии

Газовый квадрупольный масс-спектрометр применяется для измерения парциальных давлений газов, содержащихся в вакуумной камере или напускаемых туда специально. Для анализа газа при давлении выше, чем в масс-спектрометре служит дифференциальная система откачки. При этом в самом масс-спектрометре поддерживается давление не хуже 10^{-6} Topp, а газовая проба может отбираться из камер, где давление на несколько порядков выше, чем в масс-спектрометре. В некоторых случаях возможно проведение анализа газов, находящихся при давлениях порядка атмосферного. К преимуществам метода относятся его относительная простота, возможность проводить анализ в широком диапазоне давлений. В токамаках газовая масс-спектрометрия является одним из основных средств диагностики примесей как при работе с высокотемпературной плазмой, так и при кондиционировании стенки.

Одной из основных трудностей, возникающих при использовании данного метода, является установление связи между регистри-

руемыми сигналами спектрометра и реальными концентрациями веществ в газовой смеси. Эта проблема появляется вследствие разделения по массам при транспортировке газа в масс-спектрометр и различных вероятностей ионизации компонент газовой смеси.

В случае анализа состава газа, находящегося при высоких давлениях (например, в плазменной камере при горении разряда давление порядка 10^{-2} – 10^{-3} Topp), газовая проба поступает в массспектрометр по узкому каналу или через клапан с регулируемой проводимостью. При этом, как говорилось выше, нормальное рабочее давление в масс-спектрометре не должно превышать 10^{-6} Topp. В этом случае приходится учитывать различную проводимость канала для газов разных молекулярных масс. Из-за различий в массах частиц в масс-спектрометре наступает обогащение анализируемой смеси компонентами с малыми массами (H₂, He), и обеднение компонент с большой массой (N₂, O₂, CO, CO₂ и т.п.).

Изменение соотношения между компонентами газов может наблюдаться при откачке масс-спектрометра и системы отбора пробы разными насосами: при откачке турбомолекулярными и паромасляными насосами происходит относительное обогащение газовой смеси легкими компонентами; азотная ловушка селективно откачивает легко-конденсируемые вещества (пары воды, углеводороды), а магниторазрядные насосы плохо откачивают инертные газы (He, Ne, Ar).

Для газов с высокой вероятностью прилипания (высокой энергией адсорбции) надо учитывать инерционность изменения давления. Такими газами являются пары воды и тяжелые углеводородные молекулы. Инерционность давления проявляется в том, что рост концентраций данных «проблемных» компонент начинается не сразу после открытия канала в масс-спектрометр, а спустя какое время, требуемое для установления баланса между поверхностной объемной концентрацией молекул. Аналогичное И явление наблюдается после закрытия канала, также называемое памятью масс-спектрометра, когда масс-спектрометр «видит» газы, которые vжe не поступают в него извне. Уменьшить проявления можно путем поддержания массинерционности и памяти спектрометра и элементов вакуумной системы его откачки при высоких температурах (200-300 °C).



Рис. 2.3. Сечения ионизации различных газов электронным ударом

Другим важным моментом при интерпретации данных газового масс-спектрометра является различная вероятность ионизации компонент газа. Обычно, ионизация газов осуществляется электронным пучком определенной энергии (50-200 эВ). Как видно (рис. 2.3), из-за отличий сечений ионизации соотношение между концентрацией ионов и исходных концентраций парциальных нейтралов может различаться.

Простейшим применением метода газовой спектроскопии является анализ остаточных газов, когда масс-спектрометр регистрирует газы, находящиеся во всей вакуумной системе, откачанной до предельного вакуума. Типичный спектр остаточных газов в камере ТДС анализа показан на рис. 2.4.



Рис. 2.4. Типичный спектр остаточных газов в ТДС камере (после открытия на атмосферу, без прогрева, вакуум 1×10⁻⁶ торр)

2.2.2. Основные процессы на поверхности графита под действием плазменного облучения

Под действием плазменного облучения материала на его поверхности одновременно происходят несколько процессов, таких как физическое и химическое распыление, развитие рельефа, внедрение бомбардирующих частиц в поверхность, выбивание ранее внедренных частиц (реэмиссия), электронная и ионная эмиссии. В данной работе изучается химическое распыление и реэмиссия частиц из графитового образца.

Графит при облучении водородом распыляется как физически, так и химически. Коэффициент физического распыления графита в ланной области энергий бомбардирующих частиц линейно растет с энергией. При энергии 100 эВ/Н коэффициент физического распыления составляет величину 0,01, при 1 кэВ/Н он равен 0,2. Химическое распыление наблюдается тогда, когда падающие на поверхность ионы или молекулы могут образовывать химические соединения с материалом образца. Химическое распыление в отличие от физического ведет себя наоборот, оно начинается с тепловых энергий ионов, максимум достигается при низких энергиях бомбардировки, порядка 50-100 эВ/Н, и с ростом энергии ионов оно уменьшается. Химическое распыление графита идет преимущественно в виде образования метана CH₄ и его радикалов CH₁₂₃. В зависимости от энергии бомбардирующих ионов, соотношение между этими компонентами может меняться; для оценок можно принять, что соотношение между количеством метана и количеством радикалов равно 1:1.

Реэмиссия ранее внедренных в поверхность частиц происходит при бомбардировке поверхности как частицами того же сорта, так и другого. В процессе облучения графита ионами водорода происходит реэмиссия водородных атомов и молекул с образца, но методом газовой масс-спектрометрии их невозможно отличить от водорода, поступающего из плазмы. В случае облучения образца частицами другого типа, выход ранее внедренных атомов можно зарегистрировать с помощью масс-спектрометра. Например, при облучении гелиевой плазмой графита, имплантированного ионами водорода, наблюдается спадающая со временем десорбция водорода. Для наглядности, этот процесс (рис. 2.5) можно разделить на две стадии.

Первая стадия (I), это выход водорода из зоны внедрения, где его концентрация примерно постоянно и равна 0,3 – 0,4 Н/С. На этом этапе происходит ионно-стимулированная десорбция (ИСД) водорода, вызываемая воздействием на кристаллическую решетку ионов гелия. К процессу ИСД также можно отнести обеднение верхней части зоны внедрения, которое приводит к диффузии водорода из глубоких слоев этой зоны. Если энергия ионов гелия небольшая (50 – 100 эВ/ат.), то физическим распылением графита можно пренебречь, то есть десорбция водорода вызывается процессом ИСД под действием облучения ионами гелия. Если бы фи-



Рис. 2.5. Механизм десорбции частиц из поверхности под действием корпускулярного облучения

зическое распыление было главной причиной десорбции водорода, то на участке 1 (рис. 5) находилось бы плато, чего не наблюдается в эксперименте.

На втором этапе (II), когда зона внедрения уже обеднена водородом и частично распылена, основным фактором, ответственным за десорбцию водорода, является физическое распыление поверхности. Скорость десорбции становится на несколько поряд-

ков величины меньше, чем на первом участке. Здесь продолжается десорбция водорода, проникшего (продиффундировавшего) при имплантации водородом в глубокие слои графита. При этом какаято часть этого «глубинного» водорода проникла в объем материала вследствие облучения гелиевой плазмой.

2.2.3. Особенности распыления графита в плазменной камере

Если образовавшееся и эмитировавшее соединение летучее, то оно может быть зарегистрировано масс-спектрометром. Углеводородные радикалы обладают вероятностью прилипания к стенке порядка единицы; они, попадая на стенки камеры, могут рекомбинировать с водородом, и улететь, или сорбироваться на стенке, формируя углеводородные слои. Вероятность сорбции радикала на стенке много выше, чем вероятность его рекомбинации, поэтому, можно принимать, что все радикалы, уходящие с графитовой поверхности, оседают на стенках.

При низких энергиях бомбардирующих ионов физическое распыление графитового образца пренебрежимо мало, и с образца на камеру выделяются только углеводородные радикалы и метан. Метан откачивается из камеры, а радикалы осаждаются на стенки вакуумной камеры, образуя углеводородные слои. Эти слои тут же распыляются ионным током, идущим на стенки плазменной камеры, которая находится под плавающим потенциалом. Ионный ток на камеру под плавающим потенциалом составляет примерно 0,1 мA/см² (~10¹⁵ H/см²/с). Этого достаточно, чтобы напыляющиеся слои удалялись с помощью химического распыления и регистрировались масс-спектрометром. Таким образом, при низких энергиях бомбардирующих ионов метод газовой масс-спектрометрии позволяет измерять химическое распыление достаточно.

Другая картина складывается, когда бомбардировка графита ведется высокоэнергичными ионами водорода. В этом случае, физически распылившиеся и осевшие на стенках атомы графита удаляются со стенок камеры посредством химического распыления, и вклад этого распыления может оказаться заметно больше, чем вклад собственно графитового образца. Это надо учитывать при подготовке к измерениям и интерпретации результатов.

Поскольку покидающие поверхность молекулы (или радикал) попадают в плазму, то с некоторой вероятностью может произойти их ионизация и уход или на образец или на катод, что более вероятно, и эта частица не будет зарегистрирована масс-спектрометром. В то же время, вклад таких неучтенных ионизованных частиц достаточно мал. Степень ионизации водородной плазмы с горячим катодом при температуре электронов 7 эВ составляет 10^{-4} , при этом степень ионизации метана в такой плазме будет порядка 10^{-2} . величина такого порядка не будет заметна при регистрации массспектрометром.

2.2.4. Кондиционирование поверхности

Для удаления большинства типов загрязнений эффективным оказывается бомбардировка поверхности низкоэнергетичными (10– 100 эВ/ат.) ионами. При такой бомбардировке преобладает химическое распыление поверхности, а физическое практически отсутствует. Поскольку физическое распыление деталей вакуумной камеры является главной причиной запыления изоляторов, зеркал и других элементов диагностики, то его отсутствие является существенным преимуществом низкоэнергетичной бомбардировки.

Для удаления углеродных слоев используется облучение низкоэнергетичными ионами водорода. Как говорилось выше (2.2), в этом случае распыление идет с образованием летучих углеводородов, которые легко откачиваются.

Противоречивая проблема стоит при очистке поверхности нержавеющей стали от кислорода. Нержавеющая сталь покрыта слоем окислов хрома, никеля и железа, толщиной порядка нескольких нанометров. Оксид хрома Cr₂O₃ защищает ее от дальнейшего окисления и является барьером как для газовыделения из объема стали, так и для ее насыщения внешними газами. Энергия связи хрома и кислорода в Cr₂O₃ равна 14 эВ. Остальные оксиды имеют энергии связи Ме-О порядка нескольких эВ. Оксиды металлов, имеющие низкие энергии связи пары Ме-О, обычно являются источником «легкодоступного» кислорода, который, соединившись с водородом или углеродом, может десорбироваться с поверхности металла в виде летучих соединений (CO, H₂O, D₂O, CO₂). Таким образом, с одной стороны, при кондиционировании поверхности нержавеющей стали надо стремиться к удалинию кислорода из слабосвязанных оксидов, а с другой, не разрушать имеющийся оксид хрома. В этом случае бомбардировка низкоэнергетичными ионами водорода также является приемлемой. При этом, на поверхности происходят процессы по схеме:

$$Me_XO_Y + H_2^+ \rightarrow H_2O + Me_XO_Y$$

2.2.5. Метод термодесорбционного анализа

Метод анализа термодесорбционных спектров (ТДС) заключается в программируемом нагреве анализируемого образца с одновременной регистрацией масс-спектрометром газов, десорбирующихся с поверхности и объема образца.

К достоинствам ТДС анализа относятся его относительная простота; возможность получить информацию об энергии связи частиц с материалом образца, о типах десорбции частиц.

К его недостаткам следует отнести невозможность узнать глубину, с которой происходит десорбция регистрируемых частиц. Другим минусом является то, что под действием повышенной температуры возможны изменения в химическом составе как самого образца, так и десорбирующихся с него компонент.

В ТДС анализе обычно применяется линейный нагрев анализируемого образца. Зная скорость откачки газов из камеры ТДС анализа и измеряя с помощью газового масс-спектрометра парциальные давления этих газов, можно рассчитать полное количество десорбирующихся компонент по формуле:

$$N = \frac{1}{kT} \times \frac{S}{r} \times \int_{T_1}^{T_2} p(T) dT , \qquad (2.1)$$

где *S*, л/с – скорость откачки ТДС камеры; *V*, л – объем камеры; $k = 1,38 \times 10^{23}$, T_k ; *K* – температура камеры, *r*; К/с – скорость нагрева; p(T) – экспериментальная зависимость давления от температуры образца; *T* – температура образца.

2.3. Включение установки и проведение измерений

2.3.1. Включение в выведение установки на рабочий режим

Приведение установки в рабочее состояние требует выполнения ряда операций. Во избежание аварийных ситуаций все действия должны выполняться в определенной последовательности в строгом соответствии с инструкцией, изложенной в данной главе.

Для включения и выведения установки на рабочий режим необходимо:

1. Включить форвакуумные насосы и откачать установку.

2. Включить высоковакуумные насосы.

3. Откачать установку до достижения высокого вакуума.

4. При необходимости включить системы прогрева установки.

5. Включить масс-спектрометр.

6. Зажечь разряд и получить плазму

2.3.2. Включение форвакуумных насосов

1. Включить ФН откачки ТДС камеры.

2. Включить водяное охлаждение масляной ловушки ФН.

3. Включить ФН откачки плазменной камеры.

4. Через 10 сек открыть магнитный клапан на форвакуумной линии откачки ТДС камеры.

5. Открыть ручной клапан на форвакуумной линии откачки плазменной камеры.

6. Включить термопарный блокировочный вакуумметр.

7. По достижении давления 4·10⁻² Торр в форвакуумной линии открыть электромагнитный клапан откачки системы ТМН-1500.

2.3.3. Включение высоковакуумных насосов

1. Включить водяное охлаждение ДН.

2. Включить водяное охлаждение ТМН-1500.

3. Убедиться в циркуляции воды в системе охлаждения по контрольным лампам.

4. Открыть клапан откачки ТМН-1500.

5. Включить плитку ДН (время выхода на рабочий режим составляет примерно 45 мин.).

6. Включить ТМН-1500 (время выхода на рабочий режим составляет примерно 20 мин.).

Внимание! Каждая кнопка на пульте управления установкой имеет индикаторную лампочку. Лампочка включается при включении кнопки и гаснет при выключении. Правильность включения каждой кнопки необходимо проверять по лампочке. В случае неисправности лампы немедленно сообщить об этом учебному инженеру.

1. Убедиться, что шибер между ТДС и плазменной камерой закрыт.

2. Измерить давление в плазменной камере установки по термопарному вакуумметру. Если давление будет меньше, чем 4×10^{-2} Торр перейти к пункту 3.

3. Если давление больше, то провести байпасную откачку:

a) убедиться, что шибер между шлюзовой камерой и камерой ионно-пучкового облучения открыт. Если клапан закрыт, то открыть его;

б) закрыть клапан форвакуумной откачки ДН;

в) в азотную масляную ловушку системы байпасной откачки залить примерно 1 л жидкого азота;

г) открыть ручной клапан байпасной откачки шлюзовой камеры;

д) откачать шлюзовую камеру до давления не хуже 4×10⁻² Topp;

е) закрыть клапан байпасной откачки;

ж) открыть клапан форвакуумной откачки ДН.

4. Залить жидкий азот в азотную ловушку ДН.

5. Открыть шибер ДН.

6. Измерить давление в ТДС камере по ионизационному вакуумметру. Если давление лучше, чем 5×10^{-3} торр перейти к пункту 6. Если давление больше, то сообщить об этом учебному инженеру. После его разрешения провести байпасную откачку ТДС камеры:

а) камеры закрыть клапан форвакуумной откачки ТМН;

б) открыть клапан байпасной откачки ТДС камеры;

в) по достижении на форлинии давления 4×10⁻² Торр закрыть клапан байпасной откачки;

г) открыть клапан форвакуумной откачки ТМН.

7. Открыть шибер ТМН-1500.

8. Проследить за откачкой объемов установки по ионизационным и магниторазрядным вакуумметрам. Давление (предельный вакуум) в плазменной камере должно быть не хуже 1×10^{-6} Topp, в TMH-1500 – 4×10^{-6} Topp, в TДС камере – 5×10^{-7} Topp. Если в камерах установки в течение 2 ч после открытия соответствующих шиберов предельный вакуум не достигается, то сообщить об этом

учебному инженеру. После его разрешения включить прогрев камер.

Для включения прогрева ТДС камеры:

a) убедиться, что закрыт водяной вентиль рубашки охлаждения ТДС камеры;

б) на пульте ТЕРМОДАТ установить температуру 150 °С и греть камеру при этой температуре в течение 30 мин;

в) установить температуру 200 °С и греть камеру 15 мин;

г) установить температуру 250 °С и греть камеру до выхода давления на постоянный уровень (приблизительно 30 мин);

д) выключить прогрев.

Перед включением прогрева плазменной камеры и камеры ионного облучения включить водяное и воздушное охлаждение катодных вводов. Затем включить воздушное охлаждение плазменной камеры.

Далее выполнить действия, аналогичные прогреву ТДС камеры (пункты б-д).

2.3.5. Подготовка к работе системы напуска газа

1. Убедиться, что вентиль газового баллона закрыт.

2. Включить ФН системы напуска газа.

3. Открыть редуктор газового баллона.

4. Открыть ручной клапан прокачки системы напуска на время около 1 мин.

5. Проконтролировать по индикаторному манометру процесс откачки.

6. Закрыть редуктор баллона

7. Закрыть клапан прокачки.

8. Выключить ФН.

9. Открыть вентиль газового баллона. Давление в баллоне должно быть не менее 2 атм.

10. Плавно открывая редуктор баллона довести давление (контролировать по индикаторному манометру) в системе напуска до 1,4 атм.

11. Включить электрический блок натекателя СНА-1. Время готовности СНА к работе примерно 15 мин.

2.3.6. Установка и позиционирование образца

1. С помощью держателя образца установить образец в шлюзовую камеру (выполняет учебный инженер).

2. Откачать шлюзовую камеру до давления не хуже 4×10^{-2} Торр по методике, изложенной в п. 3.3 пункты 2.b - 2.g.

3. Открыть шибер между шлюзовой камерой и камерой ионнопучкового облучения и откачать плазменную камеру до давления не хуже 1×10⁻⁶ Торр.

4. Надавливая на ввод образца установить его в требуемую позицию. Положение образца контролируется с помощью гибкой линейки, закрепленной на установке.

5. Для ввода образца в ТДС камеру необходимо открыть шибер, соединяющий плазменную и ТДС камеры.

Внимание! Все действия по перемещению ввода образца совершаются под контролем учебного инженера.

2.3.7. Включение газового разряда

1. Включить водяное и воздушное охлаждение катодных вводов.

2. Включить воздушное охлаждение плазменной камеры.

 Установить образец в шлюзовую камеру или камеру ионного источника.

4. Открыть клапан обходной откачки плазменной камеры.

5. Закрыть шибер ДН.

6. Включить блоки питания газового разряда (катодный блок, анодный блок)

7. На компьютере открыть программу управления установкой, выделить вкладку «Плазма» и установить в ней параметры, заданные учебным инженером. Для разряда на водороде или гелии напряжение разряда 150 В, ток разряда 0,1–5 А, ток накала катода \emptyset 0,5 мм – 15–20 А.

8. На вкладке «Плазма» установить давление, заданное учебным инженером. Для разряда на водороде или гелии давление должно быть порядка 5×10⁻³ Topp.

9. Проконтролировать напуск газа и правильность установки давления по вакуумметрам.

10. На пульте блоков питания кратковременно нажать на кнопку «Поджиг».

11. По индикаторным амперметрам и вольтметрам на пульте блоков питания убедиться в протекании тока разряда (0,1–5 A).

12. Поддерживать разряд при заданных параметрах в течение 15 мин. На вкладке «Температура установки» следить за температурой плазменной камеры и катодного фланца. В случае перегрева (выход температуры в желтую зону) сообщить об этом учебному инженеру.

13. Перевести образец в положение облучения в плазменной камере.

14. На вкладке «Плазма» включить интегральный счетчик дозы облучения и установить ток образца, заданный учебным инженером (0,1–3 мА).

15. На той же вкладке аналогичным образом задать температуру образца (400–1200 К).

16. Включить блок питания облучения образца и установить напряжение, заданное учебным инженером (50–200 В). Убедиться в протекании ионного тока на образец.

17. После экспозиции образца в плазме в течение заданного времени (1-60 мин) прекратить облучение. Для этого выключить накал катода (вкладка «Плазма»), выключить напряжение анода, отключить напуск газа. Выключить блок питания образца на электрическом пульте.

18. Дальнейшая последовательность операций задается учебным инженером.

Внимание! Каждая кнопка на пульте управления блоками питания имеет индикаторную лампочку. Правильность включения каждой кнопки необходимо проверять по лампочке.

2.3.8. Проведение масс-спектрометрического анализа остаточного давления и газовой смеси

- 1. Убедиться, что давление в ТДС камере не хуже 5×10^{-7} Торр
- 2. Включить блок питания масс-спектрометра.

3. На компьютере открыть папку QUADSTAR и запустить программу «Measure».

4. Включить накал катода и электронный умножитель массспектрометра.

5. Спустя 15 мин после включения масс-спектрометра измерить спектр остаточных газов в ТДС камере. Показать полученный спектр учебному инженеру.

6. Создать файл для записи результатов и запустить массспектрометр в режим продолжительных измерений и вывода данных на экран.

7. Медленно открывая регулируемый клапан (натекатель) канала газового анализа установить давление в ТДС камере не хуже 2×10^{-6} Торр. Положение вентиля натекателя, при котором достигается требуемое давление, зависит от давления в плазменной камере.

8. После окончания измерений закрыть регулируемый клапан.

9. Продолжать запись данных еще в течение 5 мин.

10. Дальнейшая последовательность операций задается учебным инженером.

2.3.9. Проведение термодесорбционного анализа

1. Переместить образец в ТДС камеру.

2. Убедиться, что давление в ТДС камере не хуже 5×10^{-7} Торр.

3. Включить водяное охлаждение камеры.

4. Включить блок питания масс-спектрометра.

5. На компьютере открыть папку QUADSTAR и запустить программу «Measure».

6. Включить накал катода и электронный умножитель массспектрометра.

7. Спустя 15 мин после включения масс-спектрометра измерить спектр остаточных газов в ТДС камере. Показать полученный спектр учебному инженеру.

8. Создать файл для записи результатов и запустить массспектрометр в режим продолжительных измерений и вывода данных на экран.

9. На компьютере в программе управления установкой выбрать вкладку «ТДС»

10. Нажать кнопку «Обезгаживание». Обезгаживание пройдет в автоматическом режиме в течение 1 мин. По окончании процесса программа выдаст об этом сообщение.

11. Установить максимальную температуру (1000–1500 К) и скорость нагрева образца (задается учебным инженером).

12. Запустить нагрев образца.

13. Спустя 5 мин после окончания нагрева образца запустить повторный нагрев.

14. Дальнейшая последовательность операций задается учебным инженером.

2.3.10. Проведение калибровки масс-спектрометра

1. Все измерения проводить на прогретом масс-спектрометре после выполнения пунктов 1–6 раздела п. 3.7 и подготовленной системе напуска газа согласно разделу 3.4.

2. Убедиться, что давление в плазменной камере не хуже 2×10^{-6} Topp.

3. Убедиться, что масс-спектрометр работает в режим записи и программа управления установкой записывает давление в ТДС камере.

4. Открыть шибер между плазменной и ТДС камерами.

5. Напустить газ для калибровки. Давление в ТДС камере должно подняться примерно на 0,5×10⁻⁶ Торр.

6. Повторить несколько раз действия по пункту 5 до достижения в ТДС камере давления приблизительно 4×10⁻⁶ Торр.

7. Для окончания калибровки масс-спектрометра выключить натекатель системы напуска

8. Закрыть шибер между плазменной и ТДС камерами.

2.3.11. Выключение установки

Для выключения установки необходимо соблюдать определенную последовательность действий.

1. Выключить масс-спектрометр.

2. Выключить ионизационные и магниторазрядные вакууметры.

3. Убедиться, что закрыт шибер между плазменной и ТДС камерами.
4. Убедиться, что выключены все системы прогрева установки

- 5. Закрыть шибер откачки плазменной камеры
- 6. Выключить плитку ДН.

7. Закрыть шибер откачки ТДС камеры.

8. Выключить блок питания ТМН

9. Через 30 мин после выключения ТМН закрыть электрический клапан

10. Закрыть магнитный клапан.

11. Выключить ФН ТМН.

12. Через 45 мин после выключения ДН закрыть клапан форва-куумной откачки ДН.

13. Выключить ФН ДН.

14. Выключить водяное охлаждение.

Задание

1. Провести облучение графитового образца ионами дейтерия, вытягиваемыми из плазмы газового разряда. Параметры облучения задаются учебным инженером.

2. Измерить состав газа при горении разряда.

3. Провести очистку поверхности плазменной камеры от напыленных углеродных слоев и сорбированного дейтерия. Перед включением чистящего разряда необходимо вывести образец из плазменной камеры. Параметры чистящего разряда задаются учебным инженером.

- 3.1. Провести облучение стенок плазменной камеры водородной плазмой.
- 3.2. Провести облучение стенок плазменной камеры гелиевой плазмой.
- 4. Измерить состав газа при горении чистящего разряда.

5. Установить образец обратно в плазменную камеру, зажечь разряд на гелии и провести кондиционирующее облучение образца. В процессе облучения записывать сигнал масс-спектрометра. Определить количество десорбировавшегося дейтерия.

6. После кондиционирующего облучения переместить образец в ТДС камеру и провести анализ образца. Определить количество

десорбировавшегося дейтерия. Сравнить его с количеством дейтерия, вышедшего в процессе кондиционирующего разряда.

7. Все полученное изложить в отчете.

Контрольные вопросы

1. В чем назначение основных узлов установки?

2. Как осуществляется контроль за составом газа в плазменной камере установки при горении разряда и зачем это нужно?

3. Для чего проводится кондиционирование первой стенки термоядерных установок?

4. Как подсчитывается общее количество частиц, десорбировавшихся из исследуемого образца?

Работа 3

ИМИТАЦИОННЫЙ СТЕНД ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ОБРАЩЕННЫХ К ПЛАЗМЕ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК И МЕТОДЫ ПРОВЕДЕНИЯ НА НЕМ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Цель: ознакомление с плазменной имитационной установкой и методикой проведения испытаний на ней обращенных к плазме материалов.

Введение

Как известно, обращенные к плазме элементы термоядерных установок подвергаются воздействию, как интенсивных потоков плазмы, так и тепловым потоком большой мощности. Для испытания обращенных к плазме элементов термоядерных установок удобно иметь возможность создавать плотные потоки плазмы с параметрами, соответствующими периферийной плазме токамаков, и осуществлять интенсивные тепловые воздействия, которые наблюдаются при нештатных режимах работы установки – срывах и так называемых локализованных на периферии модах (ELM-ax). В последнем случае режим улучшенного удержания плазмы в токамаке сопровождается периодическими сбросами потоков энергии на стенки. Причем плотность этих потоков может достигать величин, вызывающих расплавление самых термостойких материалов. Возможность воздействия на материалы плазмы интенсивных ионных потоков токов, высоких плотностей энергии можно реализовать с пучково-плазменного разряда (ППР) [1]. Этот разряд помощью создается пучком электронов в продольном магнитном поле. Поэтому можно подвергать мишень воздействию интенсивных потоков частиц из плазмы, а также создавать с помощью электронного пучка высокие плотности потоков тепловой мощности.

Пучково-плазменный разряд

При пропускании пучка быстрых электронов чрез газовую среду ППР возникает при некотором (пороговом) значении тока пучка.

При этом наблюдается скачкообразный рост плотности плазмы и существенное увеличение диаметра плазменного столба по срав-

нению с диаметром электронного пучка. Скорость ионизации нейтральных атомов возрастает на два порядка по сравнению со скоростью столкновительной ионизации пучком в тех же условиях. Поскольку при этом возрастает также и скорость диффузии, плотность плазмы в разряде возрастает на меньшую величину. Кроме того, происходит усиление высокочастотного излучения из области плазмы и трансформация его спектра от монохроматического или набора гармоник, обычно циклотронной частоты, к широкополосному спектру, резкое усиление низкочастотных флуктуаций параметров плазмы.

На начальной стадии разряда (после включения инжекции электронного пучка в газовую среду) происходит ионизация газа за счет соударений с молекулами электронов пучка. Если скорость ионизации превосходит скорость ухода заряженных частиц из области ионизации, осуществляется накопление этой "первичной" плазмы. При давлении нейтрального газа $p > 10^{-5}$ Торр при длине системы ~ 50 см плотность плазмы уже на стадии первичного накопления может существенно превышать плотность электронного пучка. При накоплении определенной плотности первичной плазмы в системе должна начать развиваться пучковая неустойчивость на одном из собственных типов волн в плазме.

ППР возникает при определенных соотношениях между электрическими параметрами пучка, геометрическими параметрами системы и давлением нейтрального газа в ней, обеспечивающими выполнение критерия Таунсенда, который соответствует равенству скоростей ионизации v_i и потерь заряженных частиц: потерь электронов за счет прилипания либо рекомбинации с частотой v_{α} , рекомбинации и диффузии (с коэффициентом амбиполярной диффузии D_{α}):

$$v_i = v_{\alpha} + \alpha_{\rm rec} n_p + (D_{\alpha} / \Lambda_{\alpha}^2),$$

где Λ – масштаб неоднородности области ионизации, n_p – концентрация плазмы.

Поддержание ППР обусловлено ионизацией газа плазменными электронами, ускоренными в поле высокочастотных колебаний, возбуждаемых электронным пучком в плазме.

Часть электронов пучка (до 10 %) ускоряется в ППР до энергий, превышающих первичную энергию (в «хвосте» энергетического

распределения превышение более чем на порядок). Область локализации высокоэнергетичных электронов «привязана» к максимальной амплитуде возбуждаемых колебаний, их максимум лежит в области, прилежащей ко входу, через который электронный пучок вступает во взаимодействие с газом. Из-за сильного рассеяние на возбуждаемых в плазме СВЧ-полях реальный пробег электронов между соударениями оказывается большим, а их торможение на нейтральных атомах и ионах приводит к генерации мягкого рентгеновского излучения из этой области.

Основной максимум СВЧ колебаний соответствует электронноплазменной частоте ($\omega_{p1} = \omega_{pe}$), а дополнительный – ее второй гармонике ($\omega_{n2} = 2\omega_{ne}$). В поле СВЧ волн этих резонансных частот электроны плазмы и приобретают энергию, достаточную для ионизации газа. Между параметрами плазмы (температура и плотность электронов) и амплитудой СВЧ колебаний наблюдается корреляция. При возбуждении колебаний с первой резонансной частотой $\omega_{n1} = \omega_{ne}$ отмечается максимальное значение температуры электронов. Максимальному значению плотности и минимальному значению температуры электронов плазмы соответствует вторая резонансная частота $\omega_{p2} = 2\omega_{ce}$. При увеличении плотности плазмы происходит отстройка от резонанса $\omega_{p2} = 2\omega_{ce}$. Электроны перестают набирать энергию. Плазма из локализованной области существования ускоренных электронов вытекает к коллектору. Понижение плотности плазмы восстанавливает резонанс, а вместе с этим восстанавливаются и условия для ускорения электронов плазмы. После чего становится возможной доионизация газа электронами, сопровождающаяся ростом плотности плазмы в ППР. В условиях неоднородной плазмы возбуждаемые электронно-плазменные моды СВЧ-колебаний вызывают возбуждение низкочастотных (НЧ) ионных колебаний, что является определяющим для поддержания разряда. Резонанс разрушается при возрастании плотности плазмы с возбуждением НЧ колебаний (ионный звук).

Таким образом, основной вклад в ионизацию газа дают электроны, ускоренные в области пространства, где сконцентрирована энергия СВЧ-волн. Плазма вытекает из этой области со скоростью ионно-звуковых волн. Неоднородность плазмы и нелинейное взаимодействие СВЧ- и НЧ-волн, возбуждаемых пучком, усиливает НЧ-колебания, включая дрейфовые волны. Они обеспечивают аномальную диффузию плазмы поперек магнитного поля. В результате этого плазма занимает объем с радиусом много большим радиуса пучка. Максимальная температура электронов плазмы достигается в условиях возбуждения максимальной амплитуды НЧ колебаний. При этом СВЧ и НЧ колебания становятся нерегулярными. В результате этого электроны в поле ускоряющей волны имеют большую эффективную частоту соударений. При этом СВЧ колебания отдают большую часть своей энергии низкочастотным. В таких стохастических НЧ полях ускоряются и ионы плазмы.

Таким образом, с помощью ППР создается сильно неравновесная (энергия электронов плазмы значительно превышает энергию ионов, атомов, молекул) низкотемпературная (< 10 эВ) плазма высокой плотности ($10^{10}-10^{13}$ см⁻³), обеспечивающая высокие значения потоков ионов и атомов ($10^{16}-10^{19}$ см⁻²с⁻¹) с широким диапазоном степени ионизации рабочего вещества: от полной ионизации ($\alpha = 1$) до слабоионизованной плазмы ($\alpha = 10^{-5}$).

Описание установки



Принципиальная схема установки приведена на рис. 3.1.

Рис. 3.1. Принципиальная схема установки с пучково-плазменным разрядом

В данной установке электронный пучок может модулироваться во времени, для чего используется модулятор пучка. Облучаемый

образец может помещаться на коллектор или на периферии разряда, как показано на рисунке. Конструкция и общий вид установки приведены на рис. 3.2 и рис. 3.3. Установка состоит из следующих систем и узлов: системы генерации плазмы 2, включающей в себя диодную электронную пушку Пирса с катодом из гексаборида лантана (LaB₆) с косвенным накалом; перепадной трубки, обеспечивающей перепад давления между низким давлением в пушке и давлением в разрядной камере, необходимом для зажигания в ней разряда; магнитной системы с регулируемым полем от 3 до 6 мТл в области камеры и от 10 до 40 мТл в области пушки; загрузочной системы, позволяющей менять образцы без развакуумирования рабочей камеры; системы диагностики, контроля и управления.

Плазма формируется в вакуумной камере I цилиндрической формы объемом 20 литров. Все фланцевые соединения установки в ее высоковакуумной части выполнены в стандарте conflat, позволяющем при использовании медных прокладок достигать остаточного давления до 10^{-10} торр. В конструкции использован элемент стандартного вакуумного поста УСУ-6 и специально разработанные для данной установки узлы. Рабочая камера снабжена системой прогрева для обезгаживания ее стенок.



Рис. 3.2. Схема установки: *I* – разрядная камера, *2* – катодный узел электронной пушки, *3* – турбомолекулярные насосы, *4* – катушки магнитного поля, *5* – диагностические фланцы



Рис. 3.3. Общий вид установки

Создание, поддержание и контроль рабочей среды

Для испытаний материалов термоядерных установок очень важными критериями являются нужный состав рабочей смеси, присутствие и количество примесей, поддержание заданного давления. Ввиду этого при проведении экспериментов по ионно-плазменной обработке материалов необходимо иметь высокоэффективные средства поддержания и контроля рабочей среды. Вакуумная схема установки, представленная на рис. 3.4, состоит из рабочего объема, объема пушки и перепадной трубки, обеспечивающей разность



Рис. 3.4. Вакуумная схема опытного образца технологической установки по плазменной обработке материалов: ЭП – электронная пушка; КТ – камероразделительная (перепадная) трубка; РК – рабочая камера; ТН1 и TH2 – турбомолекулярные насосы TMU 075; МД1, МД2 – вакуумметрические магниторазрядные датчики; ТД – вакуумметрический термопарный датчик; СН – форвакуумный скролл насос VARIAN SH-100; В – регулировочный вентиль газонапуска; К1, К2 – клапаны с ручным приводом; СП – система прогрева камеры

давлений до двух порядков по величине.Предварительное разрежение в вакуумной камере PK обеспечивается форвакуумным скролл (спиральным) – насосом VARIAN SH-100 CH, обеспечивающим скорость откачки 5 литров в секунду и предельное разрежение 10^{-2} Торр. Для создания высокого вакуума используются два высоковакуумных турбомолекулярных насоса TMU 071, со скоростью откачки 60 литров в секунду каждый, предельным 60 л/с разрежение 10^{-10} Торр.

Минимальное остаточное давление в рабочем объеме $1,5 \cdot 10^{-8}$ Торр, и $1,5 \cdot 10^{-9}$ Торр в объеме пушки. Контроль давления в объёме осуществляется вакуумметрическими магниторазрядными датчиками PKR-251. Необходимое давление рабочего газа обеспечивается игольчатым натекателем В, соединённым через редуктор с баллоном, который содержит Ar под давлением 150 атм. Также имеется возможность подключения баллонов с H₂ или O₂. Рабочее давление в камере не превышает 10–4 Торр, поэтому для его поддержания используются турбомолекулярные насосы.

Электрическая схема установки

Схема питания состоит из источника высокого напряжения для пушки, источника питания накала катода пушки, источника питания катушек и источников питания вакуумной аппаратуры. Электрическая схема установки представлена на рис. 3.5.

Для безопасности каждый источник питания защищен автоматами A1-A5, что в случае возникновения неисправностей позволяет оперативно обесточивать отдельные системы установки.

Трёхфазный трансформатор с выпрямителем Bp1 и конденсаторной батареей C1, включенной параллельно магнитной системе, снижают пульсации магнитного поля практически до нуля.

Аналогично в системе высокого напряжения включение конденсаторной батареи С2 снижает пульсации высокого напряжении.

Для постоянного контроля над основными параметрами установки и оперативного отключения в случае возникновения неисправностей используются опорные сопротивления, напряжение на которых измеряется осциллографом Tektronix TDS 1001B.





Конструкция электронной пушки

Для изготовления катода пушки может быть использован вольфрам, тантал и гексаборид лантана LaB₆. Их сравнительные характеристики приведены на рис. 3.6.



Рис. 3.6. Плотность насыщения j_{eT} у наиболее часто применяемых материалов катодов в зависимости от температуры катода Tk: I – LaB₆ на науглероженном тантале; II – массивный танталовый катод; III – массивный вольфрамовый катод. (Рабочие участки выделены жирно)

Как видно из графиков, лучшей эмиссионной способностью обладает катод на основе LaB₆. Конструкционно более простой – вольфрамовый катод, имеющий близкую плотность тока насыщения, при этом имеет более высокую рабочую температуру, что затрудняет длительную работу в непрерывном режиме из-за опасности перегрева катодного узла. Применение катода из LaB₆ может повлиять на чистоту плазмы, ввиду того, что гексаборид лантана возгоняется, легче загрязняя объем летучими соединениями бора.

Параметры пушки, требуемые для создания ППР: уско-

ряющее напряжение 1,5÷3 кВ; ток накала до 20 А; ток эмиссии до 0,5 А; коэффициент прохождения не менее 70 %.

Конструкция электронно-оптической системы пушки соответствует геометрии Пирса. В пушке предусмотрено использование плоского гексаборид-лантанового катода (LaB₆) с косвенным накалом.

Отличие же данной электронной пушки от аналогов, применяемых в СВЧ приборах, заключается в том, что конструкция предусматривает возможность как периодической замены катода, так и ремонта в случае возникновения неисправностей. Данная пушка работает в газовой среде и предназначена для создания пучка в камере с малым магнитным полем. Жёсткость конструкции при сборке обеспечивается закреплением основных элементов пушки на фланце с сильноточными электрическими вводами и на аноде пушки, фиксирующемся в перепадной трубке. Перепадная трубка охлаждается водой, что обеспечивает теплозащиту анода. Все элементы в области катода изготовлены из жаропрочного материала – молибдена. В конструкции пушки предусмотрено использование сменных «дистанционных» колец, при помощи которых можно менять расстояние между катодом и анодом, что в свою очередь позволяет регулировать первеанс пушки.

В пушке предусмотрены фланцевые соединения для откачки турбомолекулярным насосом и подключения вакуумного датчика. Вид электронной пушки в разрезе представлен на рис. 3.7.



Рис. 3.6. Конструкция электронной пушки: 1 – плоский катод LaB₆ с косвенным нагревом; 2 – фланец с электрическими вводами; 3- анод пушки; 4 – перепадная трубка; 5 – водяное охлаждение; 6 – дистанционные кольца; 7 – труба в области катода; 8 – выходной фланец; 9, 10 – откачка турбомолекулярным насосом и подключение вакуумного датчика

Суть метода заключается в измерении тока заряженных частиц на малый заряженный электрод, помещенный в плазму. Из зависимости этого тока от потенциала электрода (зондовой характеристики) на основе различных моделей движения заряженных частиц вблизи зонда можно вычислить основные параметры плазмы – температуру, концентрацию заряженных частиц и потенциал плазмы. Применение для интерпретации полученных с помощью зондов данных адекватных моделей представляет основную проблему зондовой диагностики, что ограничивает преимущества метода, связанные с его кажущейся простотой. Зонд и плазма должны удовлетворять ряду достаточно жестких требований, и только тогда результаты простых электрических измерений могут быть связаны с параметрами плазмы.

Определение параметров плазмы плазменно-пучковой установки электрическими зондами

Основным инструментом для определение локальных характеристик плазмы таких, как электронная температура T_e и плотность плазмы n_{e} , в установке являются электрические зонды (зонды Ленгиюра).

Преимуществом использования электрических зондов является то, что они очень просты и надежны, очень чувствительны, относительно недороги и могут использоваться в широком диапазоне параметров плазмы.

Это и необходимые ограничения размеров зондов, связанные с возмущением плазмы и с выполнением требований теории зондов, и необходимость учета колебаний потенциала плазмы и ряд других. Одно из основных положений зондовой теории – допущение о том, что возмущения в основном локализуются вблизи зонда, так что он мало влияет на состояние плазмы и на режим газового разряда в большей части рассматриваемого объема. Такая локализация возможна в связи с тем, что в достаточно плотной плазме зонд окружен слоем заряженных частиц, которые экранируют его от остального объема.

Напомним особенности вольт-амперной характеристики (ВАХ) одиночного зонда. При больших отрицательных значениях потенциала зонда относительно плазмы (участок *C* ВАХ) практически все электроны плазмы отталкиваются зондом и вблизи него образуется слой положительного пространственного заряда, экранирующего отрицательный потенциал зонда. При большом отрицательном потенциале ток на зонд определяется в основном ионами, попадающими из плазмы на зонд. При меньших отрицательных значениях потенциала зонда относительно плазмы на него начинают попадать высокоэнергетичные электроны из "хвоста" максвелловского распределения. В точке V_f , называемой "плавающим" ("float") потенциалом, токи электронов и ионов на зонд становятся равными и результирующий ток равен нулю.



Рис. 3.8. Вольт-амперная характеристика зонда Ленгмюра

Когда потенциал зонда приближается к потенциалу плазмы в точке нахождения зонда, ток электронов увеличивается, а ток ионов уменьшается (участок B). В точке V_p зонд имеет тот же потенциал, что и плазма в месте нахождения зонда (потенциал плазмы). Поскольку электроны движутся гораздо быстрее тяжелых ионов, на зонд идет преимущественно ток электронов. В случае, если зонд заряжен положительно относительно плазмы, электроны, двигаясь к нему, ускоряются, а ионы – отталкиваются. Около поверхности зонда образуется пространственный слой отрицательного заряда, который экранирует потенциал зонда. Вне этого слоя плазма практически не возмущена. Электрический ток на зонд в основном определяется электронами, которые хаотически двигаясь, попадают в слой (участок A).

Из анализа ВАХ одиночного зонда можно определить параметры плазмы. Форма характеристики на участке между V_f и V_p определяется распределением электронов по энергиям и при их максвелловском распределении дает возможность определить температуру электронов T_e . Ток электронов на участке $V > V_p$ пропорционален произведению их концентрации на тепловую скорость n_ev_{Te} . Следовательно, зная температуру электронов, из ВАХ на этом участке можно определить концентрацию электронов.

Ионный ток при отрицательном потенциале зонда (участок *C*) определяется в основном концентрацией и температурой электронов и почти не зависит от температуры ионов T_i . Поэтому определить ионную температуру из зондовых измерений очень трудно. По излому ВАХ вблизи потенциала плазмы (при переходе от участка *B* к участку *A*) можно определить V_p .

Необходимо помнить, что определение параметров плазмы по характеристике зонда Ленгмюра возможно при выполнении условий молекулярного режима (отношение длины пробега частиц в плазме к характерному размеру зонда или число Кнудсена $\lambda/R \equiv Kn \gg 1$), и в зависимости от величины радиуса Дебая возможны три различных режима работы зонда:

1) $\lambda >> R >> r_D$ – тонкий слой объемного заряда (ленгмюровский);

2) $\lambda >> r_D >> R$ – бесстолкновительный толстый слой (орбитальный предел);

3) $r_D >> \lambda >> R$ – столкновительный толстый слой объемного заряда.

Если зонд не подключен к источнику питания, то он приобретает "плавающий" потенциал – V_f . С помощью внешнего источника напряжения можно изменять потенциал зонда относительно потенциала плазмы. Ток через зонд равен разности ионного и электронного токов:

$$-I = I_e - I_i.$$

При максвелловском распределении электронов по энергии их ток на зонд определяется выражением:

$$I_e = \frac{1}{4} e n_{e0} \upsilon_{Te} S \exp\left(\frac{e\left(V - V_p\right)}{kT_e}\right).$$
(3.1)

Откуда температура электронов определяется из

$$\frac{d\ln I_e}{dV} = \frac{e}{kT_e}, \qquad \frac{kT_e}{e} = \left(\frac{d\ln I_e}{dV}\right)^{-1}, \qquad T_e = 11, 6 \cdot 10^3 \left(\frac{dV}{d\ln I_e}\right). \tag{3.2}$$

В случае цилиндрического зонда потенциал плазмы V_p можно найти, построив касательные к участкам *B* и *A* и определив их точку пересечения. Зная температуру электронов и ток через зонд при потенциале на нем, равном V_p , из формулы (3.1) можно рассчитать концентрацию электронов.

На границе слоя пространственного заряда минимальная, направленная к зонду скорость ионов определяется электронной температурой $v_{i \min} = \sqrt{kT_e/M}$. В двух предельных случаях тонкого слоя ($\lambda >> R >> r_D$) и орбитального движения ($\lambda >> r_D >> >> R$) ионный ток насыщения находится из формулы Бома:

$$I_i = 0, 4Sen_0 \left(\frac{2kT_e}{M_i}\right)^{\frac{1}{2}},$$
 (3.3)

в которой S – площадь зонда, n₀ – концентрация плазмы, T_e – в К.

Наложение внешнего магнитного поля на плазму вносит в задачу анизотропию: заряженные частицы, вращаясь по циклотронным траекториям, двигаются вдоль магнитных силовых линий. Скорости частиц вдоль и поперек поля могут заметно отличаться: один и тот же сорт заряженных частиц может иметь разные температуры T_{\perp} и $T_{||}$, эффективная длина свободного пробега поперек поля, как известно, порядка ларморовского радиуса.

Когда ларморовский электронный радиус ρ_e меньше размера зонда r_p , зонд находится в так называемом «замагниченном» режиме. Поток электронов существенно одномерен, и эффективной площадью собирания зонда для электронов является его проективная площадь $S_{proj}=l\times d$ (l – длина зонда, d – его диаметр), которую пересекают силовые линии магнитного поля. В противоположность этому ионы при $\rho_i \ge r_p$ относительно не подвержены упомянутым выше факторам, и выражение для бомовского тока (3.3) не претерпевает никаких изменений.

К настоящему моменту не существует полностью удовлетворительной теории для замагниченного режима [2]. Тем не менее, в одномерной квазибесстолкновительной теории (при условии, что средний свободный пробег до столкновения больше размера предслоя) [1] в сильном магнитном поле было показано, что ионный ток мало отличается от значения, посчитанного при отсутствии полей, что площадь собирания равна проективной площади зонда в направлении магнитного поля.

В переходной области (участок *В* зондовой характеристики), когда отбор электронов мал, график зависимости $ln I_e$ от *V* при максвелловском распределении электронов по скоростям остается линейным, так как наложение поля не меняет термодинамического равновесия в выбранном направлении, хотя температуру, полученную из (3.1), следует интерпретировать, как $T_{||}$.

Наиболее сильное влияние магнитное поле оказывает на участок *С.* Абсолютная величина электронного тока существенно уменьшается, и появляется зависимость от приложенного напряжения, т.е. электронный ток насыщения отсутствует.

Другое последствие наложения магнитного поля заключается в увеличении длины собирания зонда, которую можно получить из баланса потоков частиц, уходящих на зонд площадью $d \cdot h$ из объема плазмы $d \cdot h \cdot L_{cob}$ и приходящих за счет поперечного переноса частиц $D_{\perp}nh/d$

$$L_{\rm cof} = \frac{d^2 \cdot c_s}{D_\perp} \; , \qquad$$

где d – диаметр зонда, h – его высота, c_s – скорость звука.

Если зонд помещен в плазму на расстояние, меньшее $L_{co\delta}$, от другого находящегося в плазме элемента установки, то данная поверхность «затеняет» часть области собирания зонда, тем самым, уменьшая поток частиц, идущих к зонду.

Экспериментально обнаружено, что в присутствии магнитного поля форма вольт-амперной характеристики начинает отклоняться от простой экспоненциальной зависимости при напряжениях, превышающих плавающий потенциал. Электронный ток увеличивается более медленно в области выше плавающего потенциала из-за подавленной диффузии электронов поперек магнитного поля. Поэтому при обработке BAX имеет смысл вести расчет по точкам, находящимся выше плавающего потенциала и соответствующим одной температуре электронов T_e .

В другом варианте, на зонд подается постоянное смещение, обеспечивающее заведомое попадание измерений в область ионного тока насыщения.

Подвижный зонд Ленгмюра

При работе в установке с инициацией плазменно-пучкового разряда электронным пучком иногда возникает задача измерения параметров плазмы при очень больших плотностях энергии. Так, при ускоряющем напряжении 2 кВ, токе электронного пучка 1А и поперечном сечении 1см² плотность мощности составляет 20 МВт/м². Аналогичная задача возникает при тепловых испытаниях чисто электронным пучком, плотность мощности в котором может быть еще выше.



Рис. 3.9. Принципиальная схема подвижного зонда для быстрых измерений распределения параметров плазмы по ее радиусу: *1* – зонд, *2* – пружина, *3* – подшипники, *4* – направляющая, *5* – электрические выводы, *6* – система регистрации расстояния

Для быстрого измерения параметров плазмы в стенде используется простое устройство с сильфонным вводом и пружинным возвратом, допускающим линейное перемещение на расстояние около 30-40 мм (максимальный расчетный размер мишени по радиусу до оси установки) (рис. 3.9). Точность прямолинейного движения в нем обеспечивается за счет специальной системы с шарикоподшипниками, возврат осуществляется за счет пружины. Точность позиционирования с выводом электрического сигнала на регистрирующее устройство обеспечена за счет использования реохорда от самописца.

Снятие зондовых характеристик возможно различными способами: по точкам, с применением автоматизированной системы генерации пилообразного напряжения и регистрации. Принципиальная схема измерений в этом случае показана на рис. 3.10. Регистрация вольт-амперных характеристик производится при помощи программного модуля, управляющего усилительным блоком. Получение ВАХ происходит путем подачи нарастающего напряжения с выхода ЦАП на вход усилительного блока и считывания в АЦП значений напряжения на зонде, а также напряжения на делителе, необходимого для вычисления тока на зонд.

Ионный ток на облучаемый в плазме образец

Поток частиц из плазмы на помещенный в нее исследуемый образец материала для термоядерных установок зависит от приложенного к образцу потенциала аналогично тому, как это было описано выше для зонда Ленгмюра. Если оторвать этот образец от земли, то на нем становится плавающий потенциал, соответствующий равенству токов ионов и электронов. Если образец заземлить, то он окажется под отрицательным по отношению к плазме потенциалом. Его величина определяется из следующих соображений.



Рис. 3.10. Блок-схема автоматизации зондовых измерений



Рис. 3.11. Изменение параметров плазмы вблизи поверхности твердого тела: c_s – скорость звука, λ_D – радиус Дебая. Магнитное поле **В** перпендикулярно поверхности, либо отсутствует

Выражение для плавающего потенциала TT (без учета падения потенциала в предслое) вытекает из условия амбиполярности потока плазмы, т.е. равенства потоков разноименно заряженных частиц $\Gamma^+ = \Gamma^-$. Плотность потока ионов в предположении, что все приходящие на границу слоя ионы попадают и на поверхность TT, а на границу слоя приходят со звуковой скоростью равна

$$\Gamma^+ = n_{is} c_s^{+}. \tag{3.4}$$

Так как электроны плазмы тормозятся у стенки и скорость покидающих плазму электронов много меньше их средней скорости, то распределение электронов в плазме можно считать максвелловским с больцмановским законом изменения плотности n_e в поле потенциала V тормозящего дебаевского слоя:

$$n_{\rm e}(x) = n_{\rm s} \exp[e(V - V_{\rm s})/kT_{\rm e}].$$

Здесь n_s – значение плотности электронов на границе плазмы и слоя, соответствующее значению потенциал V_s (рис. 3.11). Плотность потока электронов на поверхность образца определяется уменьшенной отрицательным потенциалом стенки V_f концентрацией электронов (ПІ.1) с максвелловским распределением по скоростям:

$$\Gamma^{-} = \frac{1}{4} n_{\rm es} < c_{\rm e} > = \frac{1}{4} n_{\rm es} \exp[(eV_{\rm f} - eV_{\rm s})/kT_{\rm e}] \{(8kT_{\rm e})/\pi m_{\rm e}\}^{1/2}.$$
 (3.5)

Для газоразрядной плазмы ионная температура, как правило, мала ($T_i \sim 1$ эВ) и $T_e >> T_i$, при этом в отсутствие потенциальной ионно-электронной эмиссии кинетической эмиссией электронов можно пренебречь. Коэффициент же вторичной электрон-электронной эмиссии (включая отражение электронов) δ может составлять заметную величину. Поэтому с учетом последней баланс токов на поверхность, находящуюся под плавающим потенциалом, можно записать в виде:

$$j^+ - = j^- - \delta j^-.$$
 (3.6)

Подставляя затем в (3.6) выражения для потоков ионов и электронов

$$n_{\rm is} \left[(kT_{\rm e} + kT_{\rm i})/M_{\rm i} \right]^{1/2} = \frac{1}{4} n_{\rm es} \exp[(eV_{\rm f} - eV_{\rm s})/kT_{\rm e}] \left\{ (8kT_{\rm e})/\pi m_{\rm e} \right\}^{1/2} (1 - \delta),$$

полагая, что в точке *s* на границе предслоя в плазме $n_{\rm es} = n_{\rm is}$, а $\gamma = 1$, и затем логарифмируя, найдем падение потенциала в слое $\Delta V_{\rm sh}$:

$$(eV_{\rm f} - eV_{\rm s}) = eV_{\rm sh} = (kT_{\rm e}) \ 0.5 \ \ln\{[2\pi(m_{\rm e}/M_{\rm i})(1 + T_{\rm i}/T_{\rm e})]/(1 - \delta)^2\}. \ (3.7)$$

(Данная формула справедлива при $\delta < 1.$)

Падение потенциала в предслое для низкой ионной температуры $(T_i \approx 0)$ можно получить из простых соображений. Действительно, от состояния невозмущенной плазмы при V=0 до границы предслоя ионы согласно критерию Бома набирают скорость звука c_s . Тогда из закона сохранения энергии

$$M_{\rm i} c_{\rm s}^2/2 = eV_{\rm s}.$$

Откуда, подставляя $c_s = (kT_e/M_i)^{1/2}$, имеем:

$$eV_{\rm s} = 0,5 \ kT_{\rm e}.$$

Тогда полное падение потенциала $V_{\rm f}$ по отношению к его нулевому значению в невозмущенной плазме (см. рис. 3.1) составит:

$$eV_{\rm f}/kT_{\rm e} = 0.5 \ln\{[2\pi(m_{\rm e}/M_{\rm i})(1+T_{\rm i}/T_{\rm e})]/(1-\delta)^2\} - 0.5kT_{\rm e}$$

Таким образом, это выражение определяет энергию ионов, поступающих из плазмы с известной температурой электронов на заземленный образец. Если к образцу приложить ускоряющий ионы потенциал U, то энергия достигающих поверхности однозарядных ионов будет складываться из энергии, которую они наберут согласно (3.8) и *eU*.

Задание

1. Загрузить исследуемый образец в шлюзовую камеру.

2. Открыть выход ТМН, откачивающего шлюзовую камеру, откачать ее на форвакуум.

3. Запустить ТМН в шлюзовой камере.

4. Включить вакуумметр в шлюзовой камере и убедиться, что давление в ней не больше 10^{-4} торр.

5. Открыть шлюз и ввести образец в разрядную камеру, контролируя давление в ней.

6. Убедиться, что давление в камере электронной пушки не выше 10⁻⁵ мбар и под руководством инженера включить накал катода электронной пушки.

7. <u>Включить водяное охлаждение электронной пушки</u>. Включить питание катушек магнитного поля.

8. Под руководством инженера подать на пушку ускоряющее напряжение 1-2 кВ.

9. Измерить ток электронного пучка на коллекторе.

10. Подать рабочий газ в разрядную камеру с помощью микронатекателя так, чтобы давление в ней не поднялось выше 10^{-3} мбар.

11. Наблюдая через смотровое окно, убедиться, что в разрядной камере загорелся разряд.

12. Измерить ток на образец и найти его плотность.

13. С помощью зонда Ленгмюра снять вольт-амперную характеристику разряда в зоне, соответствующей установленному образцу, и определить электронную температуру плазмы.

14. Набрать необходимую дозу облучения в плазме.

15. Извлечь образец из основной камеры в шлюзовую.

16. Закрыть проходной клапан, связывающий основную камеру с шлюзовой.

На основании данных измерений электронной температуры и данных о коэффициенте вторичной электронной эмиссии исследуемого материала найти энергию ионов, с которой образец облучался в разрядной камере.

Все результаты изложить в отчете.

1. Как загорается пучково-плазменный разряд, каковы его основные особенности?

2. Как работает электронная пушка? Какой в ней используется катод?

3. Чем определяется энергия ионов, поступающих на образец из плазмы?

4. Как влияет заряд иона на энергию, с которой он бомбардирует образец?

Работа 4

ИЗУЧЕНИЕ ПРИНЦИПОВ РАБОТЫ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ТМ1000

Цель: изучение принципов работы и ознакомление с возможностями растрового электронного микроскопа Hitachi TM-1000.

Введение

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) является одним из наиболее распространенных аналитических приборов. Благодаря малой длине волны электронов, предел разрешения, характеризующий способность прибора отобразить раздельно близко расположенные детали объекта, у качественных электронных микроскопов составляет 2–3 Å (1Å = 10^{-10}). Это в тысячи раз меньше, чем у оптического микроскопа. Первое изображение объекта, сформированное пучками электронов, было получено в 1931 г. немецкими учеными М. Кноллем и Э. Руска.

Необходимым условием для работы микроскопа является наличие вакуума, поскольку в этом случае средняя длина свободного пробега электронов между столкновениями с газовыми молекулами будет значительно превышать расстояние, на которое они должны перемещаться. Для этих целей достаточно поддерживать в рабочей камере вакуум приблизительно 10⁻⁴ Па. Источником электронов чаще всего служит нагретый металл (обычно вольфрам), из которого в результате термоэлектронной эмиссии испускаются электроны. Эмитируемые электроны ускоряются с помощью электрического поля, фокусируются, используя электрические и магнитные поля, а также отклоняются в любых направлениях.

При взаимодействии пучка электронов с энергией в десятки килоэлектронвольт с исследуемым образцом генерируются: ожеэлектроны, вторичные электроны, отраженные электроны, характеристическое рентгеновское излучение, тормозное рентгеновское излучение, флуоресценция. Все сигналы исходят из специфических эмиссионных областей внутри образца, показанных на рис. 4.1, и могут быть использованы для изучения многих характеристик образца (состав, топография поверхности, кристаллографическая ориентация и.т.д.).



Рис. 4.1. Схематическое изображение областей формирования: оже-электронов (1), вторичных электронов (2), отраженных электронов (3), характеристического рентгеновского излучения (4) и тормозного рентгеновского излучения (5), флуоресценции (6)

Основные излучения

Основные излучения, представляющие интерес с точки зрения функционирования РЭМ, следующие: отраженные электроны, вторичные электроны и характеристическое рентгеновское излучение. Для получения изображения поверхности образца используются вторичные и отраженные электроны. Характеристическое рентгеновское излучение для получения изображения не используется, но является источником важной информации об элементном составе образца.

Отраженные электроны. Они образуются при рассеивании первичных электронов на большие углы (однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы). Размеры области генерации отраженных электронов значительны и зависят от длины пробега электронов в материале образца. Размер области генерации может изменяться от 0,1 до 1 мкм и возрастает с увеличением ускоряющего первичные электроны напряжения и уменьшения среднего атомного номера Z элементов, входящих в состав образца. Большинство электронов покидает образец на относительно больших расстояниях от места своего падения. Соответственно сечение, с которого получают сигнал, будет существенно больше сечения зонда. Поэтому разрешение РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов небольшое по сравнению со вторичными электронами и изменяется от десятков нанометров при работе с невысокими ускоряющими напряжениями и тяжелыми материалами до сотен нанометров при работе с большими ускоряющими напряжениями и легкими материалами.

Важной особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. В случае легких мишеней коэффициент отражения электронов мал, их пробег велик, поэтому энергии вторичных электронов невелики. В случае тяжелых мишеней большее число электронов отражается от атомов мишени и на меньшей глубине в образце, поэтому потери энергии при их движении к поверхности меньше. Эта особенность используется для распознания зон различных материалов на поверхности образца.

Вторичные электроны. Первичные электроны, проникающие в образец, взаимодействуют с электронами внешних оболочек атомов объекта, передавая им часть своей энергии. Происходит ионизация атомов образца, а высвобождающиеся в этом случае электроны могут покинуть образец и быть зарегистрированы как вторичные электроны. Они характеризуются малой энергией (≤50 эВ) и поэтому могут выходить только из участков образца очень близких к поверхности. Глубина слоя, дающего вторичные электроны, составляет 1–10 нм. В пределах этого слоя рассеивание электронов пренебрежимо мало, и поэтому при получении изображений во вторичных электронах разрешающая способность определяется, прежде всего, диаметром первичного зонда. Вторичные электроны обеспечивают максимальную в сравнении с другими сигналами разрешающую способность порядка 5–10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения поверхности объекта, и именно для этого случая приводятся паспортные характеристики прибора.

Количество вторичных электронов сравнительно слабо зависит от атомного номера элемента, но сильно зависит от угла падения пучка первичных электронов на поверхность объекта. Поэтому изменение наклона микроучастков поверхности образца вызывает резко выраженные изменения в выходе вторичных электронов. Этот эффект используется для получения информации о топографии поверхности. С целью увеличения эмиссии вторичных электронов часто образец устанавливается под углом к оси зонда. При этом будет ухудшаться резкость изображения – происходит его размытие по краям. Поэтому в РЭМ предусмотрена система компенсации угла наклона.

<u>Рентгеновское излучение.</u> Падающие электроны взаимодействуют с электронными оболочками атома и вызывают появление рентгеновских лучей. Столкновения с электронами внешних оболочек порождают непрерывный спектр рентгеновского излучения. Столкновения с электронами внутренних K, L и M – оболочек вызывают характеристическое рентгеновское излучение при условии, что энергия падающих электронов достаточно велика. Длина волны характеристического излучения характеризует элементный состав образца.

Принцип действия РЭМ

РЭМ состоит из следующих основных узлов: электронной пушки (1–3), эмитирующей электроны; электронно-оптической системы (4–10), формирующей электронный зонд и обеспечивающей его сканирование на поверхности образца (12); системы, формирующей изображение 11–17.



Рис. 4.2. Традиционная схема растрового электронного микроскопа: 1 – катод, 2 – модулятор, 3 – анод, 4 – ограничивающая диафрагма, 5 – первая конденсорная линза, 6 – вторая конденсорная линза, 7 – катушка двойного отклонения, 8 – стигматор, 9 – конечная (объективная) линза,10 – диафрагма, ограничивающая размер пучка, 11 – детектор рентгеновского излучения (кристалл – дифракционный или с дисперсией по энергии), 12 – образец, 13 – детектор вторичных электронов, 14 – усилитель фотоумножителя, 15 – электронно-лучевая трубка (ЭЛТ), 16 – генераторы развертки, 17 – управление увеличением

РЭМ также имеет вакуумную камеру, которая служит для создания необходимого разряжения (~10⁻⁴ Па) в рабочем объеме электронной пушки и электронно-оптической системы. Составными частями микроскопа также являются механические узлы (шлюзы, гониометрический стол и т.д.), обеспечивающие установку и перемещение образца.

Электронная пушка состоит из катода (1), модулятора (2) и анода (3). Обычно в качестве катода используется вольфрамовая V-образная проволока. Электроны ускоряются напряжением, приложенным между катодом и анодом. В разных моделях РЭМ эта величина может изменяться от 1 до 50 кВ.

Пучок электронов от пушки проходит через три электромагнитные линзы (5, 6, 9). Фокусировка потока электронов осуществляется магнитным полем, имеющим осевую симметрию. Оно создается электромагнитной линзой, которая представляет собой соленоид. Магнитное поле, которое возникает при пропускании электрического тока через обмотку соленоида, концентрируется с помощью так называемого полюсного наконечника и воздействует на проходящий через линзу поток электронов. Фокусное расстояние линзы можно плавно регулировать путем изменения силы тока в обмотке соленоида. В системе имеются две диафрагмы (4, 10), ограничивающие расходимость пучка электронов.

Важным узлом в камере образцов является детектор эмитированных электронов (рис. 4.3). Он состоит из электростатического фокусирующего электрода и сцинтиллятора, имеющего положительный потенциал и оптически соединенный светопроводом с фотоумножителем.

Рис. 4.3. Схема детектора эмитированных электронов: 1 – электронный зонд; 2 – поток электронов, эмитированных поверхностью образца;3 – образец; 4 – коллектор, состоящий из сетки и металлического стакана; 5 – сцинтиллятор; 6 – световод; 7 – фотоумножитель



Основная часть детектора – сцинтиллятор, в котором при попадании электронов с высокой энергией (10...15 КэВ) генерируется световое излучение. Сцинтиллятор размещен внутри коллектора, закрытого в передней части сеткой, потенциал которой относительно образца можно менять от – 50 до + 250 В и тем самым регулировать соотношение собранных отраженных и вторичных электронов. Положительный потенциал служит для сбора вторичных электронов. Поскольку энергия вторичных электронов недостаточна для активации сцинтиллятора, то они ускоряются под действием высокого напряжения, равного 12 кВ.

Световое излучение, создаваемое в материале сцинтиллятора, проходит по световоду и попадает на фотоумножитель, где преобразуется в электрический сигнал. Сигнал от фотоумножителя поступает в предусилитель, а оттуда, уже смешанный с постоянной составляющей (0–5В), подается на вход видеоусилителя по кабелю.

Сканирование

Протекает в двух направлениях X и Y. Осуществляется при помощи электромагнитных отклоняющих катушек, объединенных в две пары.

Преимущество: отклоняющие катушки находятся внутри линзы, что позволяет перемещать образец под линзой на максимально близкое расстояние.

Построение изображения

Информация, выходящая из растрового электронного микроскопа, состоит из положений пучка в координатах X-Y и соответствующего набора интенсивностей сигналов от каждого из используемых детекторов.

Таблица 4.1

Увеличение	Область сканирования на образце
10x	1 cm ²
100x	1 мм ²
1000x	100 мкм ²
10000x	10 мкм ²
100000	1мкм ²

Сканируемая область в зависимости от увеличения

Формирование контраста на изображении

Контраст изображения в РЭМ формируется за счет изменения числа вторичных или рассеянных назад электронов, собранных с

различных участков поверхности образца. Поэтому величина сигнала, определяющая яркость какой-либо точки на экране, сложным образом зависит от ряда факторов.

Механизм контраста будет различным для вторичных и рассеянных электронов из-за разницы в их энергиях. Вторичные электроны имеют энергию около 20 эВ, в то время как для рассеянных электронов, эта энергия в среднем имеет значение порядка энергии первичных электронов (1-50 кэВ). Основное различие между этими двумя типами электронов заключается в том, что быстрые рассеянные назад электроны не отклоняются полем коллектора. Они летят от образца к сцинтилляционному счетчику по прямолинейным траекториям. Медленные вторичные электроны испытывают влияние электрического поля коллектора и обычно следуют по искривленным траекториям. Поэтому те участки поверхности образца, из которых к коллектору нельзя провести прямую линию, можно визуализировать только с помощью вторичных электронов, а не с помощью рассеянных назад электронов. Это является основной причиной более высокой информативности вторично-эмиссионного изображения. Кроме того, вторичные электроны дают больший общий сигнал, а следовательно, и лучшее отношение сигнал/фон.

Из информации, получаемой с помощью РЭМ, основными являются сведения о локальных изменениях топографии и химического состава поверхности. Соответственно выделяют топографический и композиционный контрасты.

Топографический контраст обусловлен изменением интенсивности эмиссии вторичных электронов и коэффициента отражения для отраженных электронов при изменении угла наклона элемента поверхности к первичному пучку.

Число электронов, попадающих на сцинтиллятор, определяется углом между падающим электронным пучком и нормалью к поверхности образца. Это справедливо и для рассеянных назад и для вторичных электронов. Малые изменения (1...2⁰) наклона поверхности оказываются достаточными для заметной модуляции яркости изображения. Грубый рельеф поверхности может давать дополнительный контраст за счет эффекта тени.

Характерная черта топографического контраста в РЭМ – повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа (краевой эффект), вызванная увеличением выхода электронов с этих участков. Снижение разрешающей способности и потеря отдельных деталей изображения усугубляются при этом за счет более эффективного улавливания коллектором электронов, вылетающих из выступов рельефа.

Композиционный контраст возникает при сканировании электронным зондом объектов с локальными изменениями химического состава при изменении коэффициентов вторичной эмиссии и отражения электронов. Эффективность отражения зависит от атомного номера мишени сильнее, чем эмиссия вторичных электронов, поэтому композиционный контраст больше при использовании отраженных электронов. С увеличением атомного номера элемента, бомбардируемого первичными электронами, коэффициент отражения электронов растет, поэтому места, обогащенные более тяжелыми элементами, выглядят на изображении более светлыми. Из-за низкой интенсивности потока отраженных электронов этот режим используется сравнительно редко, однако в определенных случаях с его помощью можно получить значительную информацию.

Разрешающая способность изображений в отраженных электронах (1000 Å) существенно выше, чем в характеристическом рентгеновском излучении (10 000 Å). На изображении в характеристическом рентгеновском излучении можно выявить локальные неоднородности химического состава не только на поверхности образца, но и на глубине до 1000 Å.

Увеличение и разрешающая способность

Уменьшение размера участка сканирования в РЭМ приводит к росту увеличения изображения. Предельные увеличения в современных конструкциях РЭМ достигают 150000...200000 крат.

Изображение во вторичных электронах имеет гораздо лучшее разрешение, чем изображение в упруго рассеянных (отраженных) электронах. Разрешение во вторичных электронах в современных приборах примерно соответствует поперечному сечению электронного зонда. Разрешение в упруго рассеянных электронах значительно хуже.

Рентгеновский спектральный микроанализ

Пучок электронов диаметром около 0,5 мкм падает на поверхность образца и, взаимодействуя с его атомами, генерирует рентгеновское излучение. Измеряя длину волны характеристического излучения и интенсивность этого излучения, можно определить, какие элементы присутствуют в образце и каковы их концентрации. Для этого используется детектор рентгеновского излучения.

Видимая площадь, в пределах которой происходит генерация рентгеновских лучей, может значительно превосходить площадь поперечного сечения падающего электронного пучка из-за рассеяния электронов в образце, так что электроны способны преодолевать в образце довольно большие расстояния, прежде чем они, взаимодействуя с атомами, возбудят рентгеновские лучи. Область возбуждения рентгеновского излучения не менее чем в три раза превышает размеры зонда и зависит от ряда факторов (рабочего напряжения, потенциала возбуждения серии, атомного номера материала образца и его плотности).

Большинство растровых электронных микроскопов оборудовано рентгеновскими спектрометрами, называемыми энергодисперсионными (ЭДС) спектрометрами. Детектор с дисперсией по энергии улавливает весь спектр рентгеновского излучения, и для разделения спектра по энергии используется многоканальный анализатор, прокалиброванный таким образом, что каждый канал соответствует определенной величине энергии. Следовательно, определяя номера каналов (энергию) пиков в спектре, можно установить атомные номера элементов, имеющихся в бомбардируемой электронами области.

Многие растровые электронные микроскопы имеют также рентгеновские спектрометры с дисперсией по длинам волн (кристалл-дифракционные спектрометры или волновые спектрометры). Подавляющее большинство современных энерго-дисперсионных спектрометров не может четко разрешать пики смежных элементов в интервале 4<Z<11. Кристалл-дифракционные спектрометры предназначены для идентификации элементов с атомным номером Z < 11 (некоторые кристалл-дифракционные спектрометры могут регистрировать элементы в полном диапазоне).

Растровый электронный микроскоп Hitachi TM1000



Отличительные особенности микроскопа ТМ1000:

1. Это компактный настольный микроскоп, дающий возможность наблюдения с большей глубиной резкости и с более высокими степенями увеличения, чем любые оптические микроскопы.

2. Не требуется трудоемкой подготовки образца и осложненной настройки условий наблюдения.

3. Можно исследовать образцы с диаметром до 70 мм и с толщиной до 20 мм.

4. Просмотр и сохранение изображений упрощены, поскольку работой микроскопа управляет вычислительная машина, оснащенная такими программными средствами, как автоматическое фокусирование и автоматическая настройка яркости.

5. Продолжительность периода времени от включения питания микроскопа до перехода к исследованию образцов составляет всего около 3 минут.

6. Требуется лишь подключение кабеля питания к сетевой розетке с переменным напряжением 100 В (потребление тока не более 5 А).

7. Столик образца позволяет производить перемещения только перпендикулярно электронному зонду. Вертикальное перемещение, вращение и наклон не предусмотрены.

8. Ускоряющее напряжение фиксировано и не может изменяться.

9. Изображение регистрируется только в отраженных электронах.

Таблица 4.2

Параметр	Характеристика
Ускоряющее напряжение	15 кВ (неизменное)
Степень увеличения	От 20 до 10 000 (настройка степени увели- чения изображения в 32 этапа*; цифровой трансфокатор: x2, x4). Максимальная про- сматриваемая область: 3,5 мм (квадратная)
Степень разрежения в электронной пушке	Свыше 5 х 10-2 Па
Степень разрежения в камере для образца	Около 30 ~ 50 Па; изменение от 1 до 15 Па (без регулирования степени разрежения)
Размер образца	70 мм (диаметр)
Толщина образца	Менее 20 мм
Диапазон перемещений столика	По оси X: 15 мм; по оси У: 18 мм (переме- щение только по осям X и У)
Нить накала	Сцентрированная вольфрамовая, «шпилька для волос
Диаметр диафрагмы	Конденсорной линзы: диаметр 1,0; Лизы объектива: диаметр 0,1
Конденсорная линза и линза объектива	Постоянный магнит + электромагнит
Катушка стигматора	Имеется
Переключение скорости сканирования	1 сек; 10 сек; сниженная; 40 сек (для сохра- нения данных)
Детектор	Высокочувствительный полупроводнико- вый детектор обратно рассеянных электро- нов
Способ управления	С помощью портативной вычислительной машины
Данные, показываемые на экране	Данные, показываемые на экране: Маркер размера в микронах, размер в микронах, дата

Технические характеристики	Hitachi TM1000	

Функции, способствующие автоматической настройке изображения	Автоматическое фокусирование, автомати- ческая настройка яркости
Функции, помогающие работе	Поворот растра; предварительная установ- ка степени увеличения (возможны 2 на- стройки)
Вакуумная система	Турбомолекулярный насос: 30 л/сек Диафрагменный насос: 1 м ³ /час

Работа с программным обеспечением (ТМ 1000)

Интерфейс

На экране показываются заголовки перечней функций и клавиши.



Клавиши, используемые для выбора режима просмотра

Имеется 4 режима просмотра: fast, slow, reduced area, freezed. Режим просмотра изменяется нажатием какой-то одной из этих клавиш в верхней части экрана. Клавиша, соответствующая выбранному (на данный момент времени) режиму просмотра указы-
вается желтым цветом. Выберите тот режим просмотра, который соответствует выполняемой работе.

1. Fast (быстрый)



Поскольку сканирование в этом режиме производится быстро, режим уместен для поиска интересующего места поверхности образца (когда требуется быстрый показ просматриваемого изображения).

2. Slow (медленный)



Поскольку сканирование в этом режиме производится медленно, этот режим

подходит для проверки изображения, которое будет записываться в память как характеризующееся ожидаемой высокой разрешающей способностью

3. Reduced Area (просмотр ограниченного участка)



Ограничена область просматриваемого поля. Это режим уместен для выполнения подстройки яркости и глубины резкости, поскольку показываемое изображение быстро откликается на изменение условий.

4. Freezed (стоп-кадр)



В этом режиме, просматриваемое изображение сохраняется неизменным.

5. Клавиша Quick Save (быстрая запись в память)



Изображение записывается в память в том виде, в каком оно показано на экране. Размер сохраняемого изображения: 640 x 480 элементов изображения (только изображение), 640 x 520 элементов изображения (изображение + информация) и 640 x 550 элементов изображения (изображение + информация + комментарий). Нажатие клавиши Quick Save приводит к быстрой записи в память.

6. Клавиша Save (запись в память)

Производится запись изображения, характеризующегося высокой разрешающей способностью. Размер сохраняемого изображения: 1280 х 960 элементов изображения (только изображение), 1280 х 1040 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображения (изображение + информация) и 1280 х 1100 элементов изображение + информация + комментарий). Нажатие клавиши Save приводит к регистрацию изображения с высокой разрешающей способностью, независимо от того, какой из режимов просмотра на данный момент выбран

7. Клавиша, используемая для выбора степени увеличения



Степень увеличения может быть изменена с помощью этой клавиши. Для настройки на более высокую степень увеличения (чем установленная на данный момент времени), нажмите (мышью) сторону + (нажатие стороны – снизит степень увеличения). 8. Клавиша для настройки яркости



Яркость площади просматриваемого изображения может быть подстроена с помощью этой клавиши. Для перехода к более высокой яркости (чем имеющаяся на данный момент времени), нажмите (мышью) сторону + этой клавиши; для снижения яркости изображения – сторону -. Если какую-то из сторон клавиши удерживать нажатой, яркость подстраивается плавно и быстро.

9. Клавиша для настройки контраста



Контраст площади просматриваемого изображения может быть подстроен с помощью этой клавиши. Для перехода к более высокой контрасту (чем имеющийся на данный момент времени), нажмите (мышью) сторону + этой клавиши; для снижения контраста изображения – сторону -. Если какую-то из сторон клавиши удерживать нажатой, контраст подстраивается плавно и быстро.

10. Клавиша Auto B/C (автоматическая подстройка яркости и контраста)



Нажатие клавиши Auto B/C начинает автоматическую настройку яркости и контраста просматриваемого изображения. 11. Клавиша, используемая для подстройки фокуса



Для снижения фокусного расстояния (относительно значения, установленного на данный момент времени [из-за того, что образец оказался размещенным выше]), нажмите (мышью) сторону + этой клавиши; для увеличения фокусного расстояния: сторону – этой клавиши. Если какую-то из сторон клавиши удерживать нажатой, фокусное расстояние изменяется плавно и быстро.

12. Клавиша Auto Focus (фокусирование автоматически)



Нажатие клавиши Auto Focus начинает автоматическую настройку фокуса.

13. Клавиша Rotation (поворот)



Просматриваемое изображение поворачивается нажатием этой клавиши за счет поворота направления сканирования (сканирования электронным лучом).

Точная фокусировка

Ради обеспечения точного фокусирования, перемещайте мышь с нажатой левой клавишей влево (-) или вправо (+) по просматриваемому изображению. Подстройте фокус до того уровня, который сочтете оптимальным.

Зона изображения, отведенная под информацию и запись комментария



Задание

1. Включите питание установки.

2. Если световой индикатор в клавише EXCHANGE (замена) уже светится зеленым цветом, откачка рабочей камеры начнется автоматически. Если этот световой индикатор еще не горит, нажмите клавишу EXCHANGE (замена).

3. Включите компьютер. Запустите программу, управляющую работой микроскопа (программа TM-1000).

4. Получите у инженера два опытных образца, установите один из них в рабочую камеру для изучения, для этого выполните следующие действия:

1) Наклейте проводящую ток 2-сторонюю ленту на площадку под образец.

2) Приклейте образец к ленте.

3) Установите площадку с образцом на винт для настройки высоты. Подстройте высоту держателя таким образом, чтобы зазор между самой верхней частью образца и нижней поверхностью приспособления для измерения высоты стал равным 1 мм, как показано ниже. Для получения возможности регулировки, ослабьте верхнюю фиксирующую гайку и подберите положение винта, используемого для подстройки высоты. Затем, затяните верхнюю фиксирующую гайку таким образом, чтобы она легла на нижнюю фиксирующую гайку.



4) Держатель (уже подстроенный по высоте) установите в цокольную часть столика.

5) Образец необходимо поместить в центр столика. Пользуясь рукоятками X и У, добейтесь положения, при котором наконечник указателя положения попадает в центр перекрестия.

6) Задвиньте столик с образцом. Задвигать следует медленно, чтобы образец или держатель образца не коснулись верхней части камеры.

7) После того, как задвинули столик, нажмите клавишу EXCHANGE (замена). Замена образца считается завершенной после завершения откачки.

5. Просмотр изображения выполняется в следующей последовательности.

1) После того, как загорелся зеленый световой индикатор на основном блоке микроскопа, активизируется клавиша Start (начало).

2) Выберите режим просмотра.

3) Выберите условия просмотра. Функцию Observation Mode (условия просмотра) можно выбрать из перечня, раскрываемого через слово Setting (настройка). Выбранные (на данный момент времени) условия отмечаются галочкой ($\sqrt{}$). Выберите те условия просмотра, которые уместны для образца. Проводящий образец можно просматривать, пользуясь вариантом Standard Mode (стандартные условия), непроводящий, пользуясь режимом Charge-Up Reduction mode.

4) Подстройте яркость и контраст изображения в ручном режиме или автоматически.

5) Сфокусируйте изображение в ручном режиме или автоматически.

На точность автоматического фокусирования влияет структура поверхности образца. Если контраст низок из-за отсутствия структурных характеристик на поверхности образца или образец склонен к накоплению заряда, автоматическая настойка контраста может не давать правильного результата. В этом случае, фокусирование следует производить вручную.

6) Получите изображения с различными увеличениями (от минимального до максимального, кол-во оговорить с инженером). Сохраните изображения, снятые в режиме Slowly. Опробуйте остальные режимы сканирования для получения лучшей картинки.

7) При большом увеличении в 5000 раз и более чаще пользуйтесь точной фокусировкой. Сместите изображение зоны образца, подлежащей фокусированию, в центр просматриваемой площади изображения, после чего нажмите клавишу Reduced Area (просмотр ограниченного участка) [т.е. одну клавишу из тех, которые используются для выбора режима просмотра]. Уменьшенная просматриваемая зона изображения находится в центре.

С помощью мыши, сместите указатель в подлежащую просмотру область. Вид указателя подменится тем, который соответствует подстройке фокуса.

Ради обеспечения точной настройки глубин резкости (точного фокусирования),перемещайте мышь с нажатой левой клавишей влево (-) или вправо (+). Просматривая изображение, подстройте фокус до того уровня, который сочтете оптимальным.

8) Попробуйте получить изображения 2–3 других участков на различных увеличениях, пытаясь достигнуть максимально качества картинки, а также по возможности сделать выводы о структуре образцов и их особенностях (поворачивайте рукоятки X и У столика для выбора интересующего поля поверхности образца).

9) Проведите все указанные действия со вторым образцом.

10) Для прекращения просмотра изображения, нажмите клавишу

Stop (остановка). Закройте программу, управляющую микроско-пом.

11) Выньте просматривавшийся образец (если после включения микроскопа не собираетесь просматривать этот образец снова).

12) Перед выключением микроскопа убедитесь, что камера откачана.

13) Выключите питание на управляющем блоке микроскопа.

Требования к отчету

1. В отчете должны быть кратко изложены основные принципы работы растрового электронного микроскопа и отмечены факторы, влияющие на основные параметры изображений (контраст, увеличение, фокус).

2. Раздел экспериментальных исследований должен содержать методику измерения, выводы о структурных особенностях рельефа образцов и их сравнение.

Контрольные вопросы

1. Какие типы сигналов возникают при взаимодействии пучка электронов с исследуемой поверхностью в растровом микроскопе?

2. Каким образом происходит процесс сканирования и построения изображения в растровом электронном микроскопе?

3. Сравните особенности измерений в отраженных и вторичных электронах.

4. Опишите основные составные части РЭМ, а также дайте краткое описание их функций.

5. В чем состоит особенность энергодисперсионного анализа?

Список литературы

1. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский анализатор. М.: Мир, 1984, т. 1-2, 652 с.

2. Энгель Л., Клингель Г.. Растровая электронная микроскопия: Справочник. М.: Металлургия, 1986, 200 с.

3. Морис, Ф. Микроанализ и растровая электронная микроскопия.

4. Уманский Я.С. и др. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982.

СОДЕРЖАНИЕ

Теоретическая часть

ОБРАЩЕННЫЕ К ПЛАЗМЕ ЭЛЕМЕНТЫ ТЯР	5
Введение	5
1. Функции различных обращенных к плазме элементов ТЯР	5
2. Потоки частиц и энергии, попадающие на обращенные к плазме	
элементы	15
3. Факторы, определяющие выбор материалов ОПЭ	24
4. Конструкция ОПЭ	34
Список рекомендуемой литературы	39

Практическая часть

Работа 1. ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ	
КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАХВАТА ЧАСТИЦ В ТВЕРДОЕ ТЕЛО	40
Введение	40
Основы ТДС	40
Качественный анализ ТДС спектров	41
Количественный анализ ТДС спектров	44
ТДС-стенд	44
Калибровка	47
Задание	49
Контрольные вопросы	50

Работа 2. УДАЛЕНИЕ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА	
ИЗ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ТЯР (КОНДИЦИОНИРОВАНИЕ	<u>:</u>)
С ПОМОЩЬЮ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ	51
Введение	51
2.1. Установка газового масс спектрометрического анализа	52
2.1.1. Основные узлы установки	53
2.1.2. Система вакуумной откачки	54
2.1.3. Принцип действия установки	57
2.2. Изучение газовыделения с поверхности масс-спектрометрическими	
методами при ее плазменном облучении	58
2.2.1. Метод газовой масс-спектрометрии	58

2.2.2. Основные процессы на поверхности графита под действием	~ (
плазменного облучения	61
2.2.3. Особенности распыления графита в плазменной камере	62
2.2.4. Кондиционирование поверхности	64
2.2.5. Метод термодесорбционного анализа	64
2.3. Включение установки и проведение измерений	65
2.3.1. Включение в выведение установки на рабочий режим	65
2.3.2. Включение форвакуумных насосов	66
2.3.3. Включение высоковакуумных насосов	66
2.3.4. Откачка установки	67
2.3.5. Подготовка к работе системы напуска газа	68
2.3.6. Установка и позиционирование образца	69
2.3.7. Включение газового разряда	69
2.3.8. Проведение масс-спектрометрического анализа	
остаточного давления и газовой смеси	.70
2.3.9. Проведение термодесорбционного анализа	71
2.3.10. Проведение калибровки масс-спектрометра	72
2.3.11. Выключение установки	72
Задание	73
Контрольные вопросы	74
Работа 3. ИМИТАЦИОННЫЙ СТЕНД ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ОБРАЩЕННЫХ	
К ПЛАЗМЕ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК	
И МЕТОДЫ ПРОВЕДЕНИЯ НА НЕМ ЭКСПЕРИМЕНТОВ	75
_	

И МЕТОДЫ ПРОВЕДЕНИЯ НА НЕМ ЭКСПЕРИМЕНТОВ	75
Введение	75
Пучково-плазменный разряд	75
Описание установки	78
Создание, поддержание и контроль рабочей среды	80
Электрическая схема установки	81
Конструкция электронной пушки	83
Определение параметров плазмы плазменно-пучковой установки	
электрическими зондами	85
Подвижный зонд Ленгмюра	90
Ионный ток на облучаемый в плазме образец	91
Задание	94
Контрольные вопросы	95

Работа 4. ИЗУЧЕНИЕ ПРИНЦИПОВ РАБОТЫ	
РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ТМ1000	
Введение	
Основные излучения	
Принцип действия РЭМ	
Работа с программным обеспечением (ТМ 1000)	108
Задание	113
Требования к отчету	116
Контрольные вопросы	116
Список литературы	116