

CNIC-01363

SIP-0113

中国核科技报告

CHINA NUCLEAR SCIENCE AND TECHNOLOGY REPORT

氘束轰击石墨化学腐蚀的实验进展

PROGRESS REPORT ON CHEMICAL EROSION OF
GRAPHITE BOMBARDED BY DEUTERIUM ION BEAM

(In Chinese)



中国核情报中心
原子能出版社

China Nuclear Information Centre
Atomic Energy Press

图书在版编目 (CIP) 数据

中国核科技报告 CNIC-01363, SIP-0113: 氚束轰击石墨化学腐蚀的实验进展/朱毓坤等著. —北京: 原子能出版社, 1999. 6

ISBN 7-5022-1977-3

I. 中… II. 朱… III. 核技术-研究报告-中国 IV. TL-

2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 04819 号

原子能出版社出版发行

责任编辑: 武洁

社址: 北京市海淀区阜成路 43 号 邮政编码: 100037

中国核科技报告编辑部排版

核科学技术情报研究所印刷

开本 787×1092 1/16·印张 1/2·字数 9 千字

1999 年 5 月北京第一版·1999 年 5 月北京第一次印刷

定价: 5.00 元



朱毓坤：研究员，核工业西南物理研究院。1958 年毕业于清华大学电子工程系。

ZHU Yukun: Research professor, Southwestern Institute of Physics, CNNC. Graduated from Tsinghua University in 1958, majoring in electro-vacuum physics.

氘束轰击石墨化学腐蚀的实验进展^{*}

朱毓坤 王明旭 王志文 邓冬生

(核工业西南物理研究院, 成都)

摘 要

在 SMF-800 石墨第一壁化学腐蚀温度特性的实验研究基础上, 进一步测试了 G3 石墨, SMF-800 高纯石墨和硼化石墨, 以及 SiC 镀层等在 $1.3 \mu\text{A}/3 \text{ keV}$ 氘束轰击下化学腐蚀的温度特性。从中优选出 $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$ -氦辉光放电法制取的 SMF-800 石墨硼化层, 它具有最佳的抗化学腐蚀性能。其 CD_4 产额较 SMF-800 高纯石墨的降低一个量级以上, CD_4 产额峰值温度下移至 650 K 附近。用小角度转动样品法, 初步观察了氘束轰击下石墨释放 CD_4 的角分布特性, 对托卡马克先进偏滤器实验中建立 CD_4 辐射区的定位及其控制等可行性进行了探索。

^{*} 核工业科学基金 Y932301 资助。

Progress Report on Chemical Erosion of Graphite Bombarded by Deuterium Ion Beam^{*}

(In Chinese)

ZHU Yukun WANG Mingxu WANG Zhiwen DENG Dongsheng
(Southwestern Institute of Physics, Chengdu, 610041)

ABSTRACT

On the study basis of chemical sputtering of graphite bombarded by a deuterium ion beam, the research was carried out with fresh SMF-800 graphite, G3 graphite, SiC and boronized graphite etc. The SMF-800 graphite boronized *in situ* in HL-1M tokamak with carborane ($C_2B_{10}H_{12}$) by helium glow discharge was selected as the best one of anti-chemical-erosion. It possesses a releasing rate of CD_4 one order of magnitude lower than that of SMF-800 graphite and a releasing peak temperature shifted to 650 K. By rotating graphite sample with a small angle, a profile of CD_4 releasing from the sample bombarded by a deuterium ion beam of $1.3 \mu A/3 \text{ keV}$ was observed. With a 45° incident beam from left side, the releasing CD_4 peak was positioned at 1° right side of the sample's normal. The releasing rate of CD_4 at a 5° divergence to the normal was decreased 7% approximately, being decreased faster one order than the cosine law.

* Nuclear Industry Science Fund Y932301

引言

HL-1M 托卡马克真空室局部内壁与等离子体相互作用较强烈处采用了 SMF800 石墨第一壁, 我们进行了氘离子束轰击 SMF800 石墨腐蚀的质谱分析实验研究^[1]。G3 石墨曾被用作 HL-1 托卡马克真空室孔栏, SiC 和 B₄C 等涂层也被建议用作面向等离子体材料。为此我们对上述石墨和涂层等在氘束轰击下化学腐蚀温度特性进行对比测试, 以便从中优选出抗化学腐蚀的最佳石墨和涂层材料。

JET 先进偏滤器实验计划^[2]提出了利用 CD₄ 建立辐射偏滤器的可行性探讨。同样, 为了探讨在 HL-2A 托卡马克偏滤器中利用碳靶释放的 CD₄ 建立合适的杂质辐射区的可行性, 我们采用小角度转动石墨样品法, 探测石墨在氘束轰击下释放 CD₄ 的角分布特性, 对 CD₄ 杂质区的位置及其控制等进行初步的观察。

1 石墨及其涂层材料释放 CD₄ 的温度特性

除研究了被氘离子辐照过的 SMF-800 石墨样品在氘离子束轰击下的化学腐蚀^[1]外, 还研究了新鲜的 SMF-800 石墨、G3 石墨、碳化硅涂层以及原位硼化的 SMF-800 石墨等样品。其中, 硼化 SMF-800 石墨样品是在 1995 年 8 月 HL-1M 装置进行第一壁原位硼化实验时取得的, 详见文献 [3]。

图 1 是氘离子束轰击石墨及其涂层材料感生氘甲烷 CD₄ 的温度特性。可以看出: (1) SiC+C 涂层石墨和硼化 SMF-800 石墨的 CD₄ 产额比纯石墨的 CD₄ 产额低一个数量级, 同时化学腐蚀的峰值温度也向低温方向移动, 尤以硼化 SMF-800 石墨表现得更加突出, 这与文献 [4] 的结论一致。正因为涂层石墨抗化学腐蚀的能力明显优于纯石墨, 国际上自 80 年代中期以来, 对涂层石墨进行了大量的研究^[5], 研制了硼化、铍化等第一壁材料原位处理工艺, 取得了良好的效果。涂层石墨和石墨纤维复合体 (CFC) 代表了面向等离子体材料的研究方向。(2) G3 石墨与 SMF-800 石墨相比, 其 CD₄ 产额略低, 但其真空热解出气量比后者大 10 多倍^[6]。综合考虑, SMF-800 石墨优于 G3 石墨。(3) 经 H⁺ 辐照过的 SMF-800 石墨与 SMF-800 石墨相比较, 不仅 CD₄ 产额高 1.6 倍, 且化学腐蚀温区宽达 200 K 左右, 这说明了石墨第一壁经氘离子辐照后, 近表面层产生大量损伤, 导致结构疏松, 化学腐蚀率增加。

2 氘离子束轰击下石墨样品释放 CD₄ 的准角分布

进行氘离子束轰击下石墨样品释放 CD₄ 的准角分布的实验时, 由于离子枪和四极质谱探头都是固定的, 我们只能采用石墨靶在 XY 平面内小角度转动的方法, 近似地求出石墨样品释放 CD₄ 的准角分布 (图 2)。为减少入射角变化对溅射产额的影响, 将样品旋转角度 θ 控制在 $\pm 5^\circ$ 之内 (图 2)。

图 3 示出了在 1.3 μ A/3 keV 的氘离子束轰击下, SMF800 石墨样品在 508 K 时释放氘甲烷 CD₄ 的准空间分布的实验结果。从图中可以看出, CD₄ 释放的峰值空区位于样品法线右侧 1° 处。偏离样品法线 5° 处, CD₄ 的释放下降约 7%, 较相应的余弦分布律下降 (0.5%) 明显要快得多。可见, CD₄ 的释放集中在法线附近、一个比较狭窄的空间区域, 这对先进偏

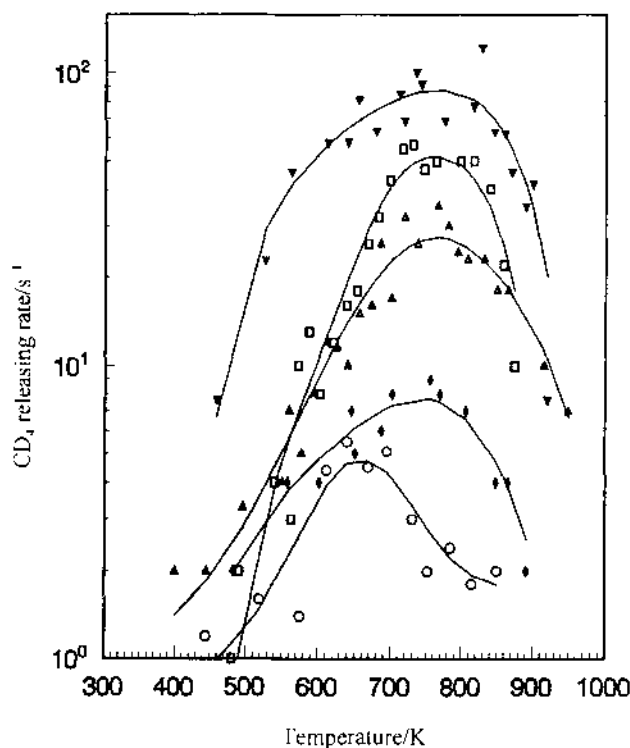


图1 1.3 $\mu\text{A}/3\text{ keV}$ 氦离子束轰击下石墨及其
涂层材料释放氘甲烷 CD_4 的温度特性

○ -HL-1M 原位硼化 SMF800, ◇ - SiC, □ SMF800,
△ - G3, ▽ H^+ 离子辐照过的 SMF800

滤器实验中利用 CD_4 来建立局部辐射区的
设想有重要的参考价值。

3 总 结

应用 LAS-2000 二次离子质谱仪的
超高真空分析室和高性能 SQ156 质谱
计, 研制安装了纯氦气源, 调试出了氦离
子束, 开展了氦束轰击石墨化学腐蚀的
实验研究^[1]。

在室温至 1000 K 温度范围内, 对
1.3 $\mu\text{A}/3\text{ keV}$ 氦束轰击下 SMF-800 石
墨样品的释放物, 用 SQ156 四极质谱探
头进行了原位分子束检测。在石墨样品
慢速线性升温 ($0.065\text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$) 过程中,

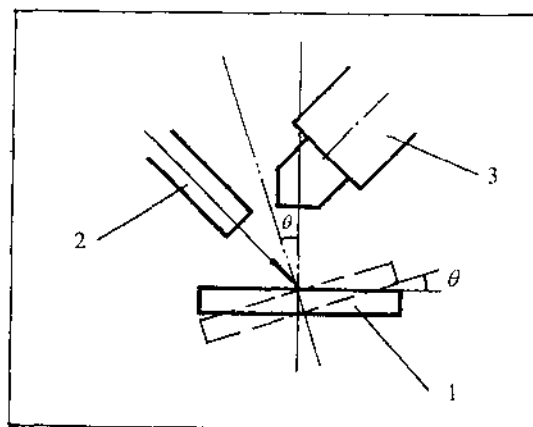


图2 CD_4 的准角分布实验原理示意图

1 - 石墨靶, 2 - 入射氦离子枪, 3 - 四极质谱探头

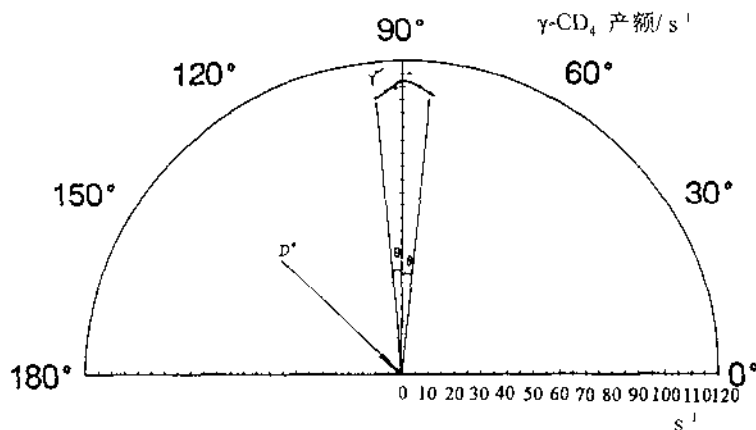


图3 1.3 $\mu\text{A}/3\text{ keV}$ 氦离子束轰击下, SMF800 石墨样品在 508 K 时
释放氦甲烷 CD_4 的角分布

连续扫描记录了氦束轰击下和无氦束轰击下处于质荷比 $M \cdot e^{-1} = 2 \sim 44$ 范围内的释放物质质谱。这样获得了在 1.3 $\mu\text{A}/3\text{ keV}$ 氦束轰击下 SMF-800 石墨样品释放物的温度特性。 CD_4 在 780 K 处有释放峰, CD_3 在 870 K 处有释放峰。氦气 (D_2) 的释放从室温至 1000 K 温区内是缓慢下降的, 这表明入射氦束被俘获的几率随温度的升高而升高, 在石墨表面合成并释放更多的碳氦化合物。这样, 在 800 K 以上的高温区, 释放氦甲烷的单项产额虽然急剧下降了, 但总体来讲, 石墨的总的化学腐蚀率仍然是随温度升高而上升的。

提出了氦束轰击石墨释放氦甲烷的产额 (γ) 除了和表面氦原子密度 (n_D) 有关外, 还应和表面氦甲基密度 (n_{CD_3}) 有关, 即:

$$\gamma = A \cdot n_D \cdot n_{\text{CD}_3} \cdot \exp(-E_R/RT) = \frac{J_0 \cdot A \cdot \exp(-E_R/RT)}{J_0 \sigma + K_0 \exp(-E_1/RT)}$$

其中: J_0 —— 稳态下入射氦离子束通量;

σ —— D 和 CD_3 的离子感生脱附的综合截面;

A —— 氦甲烷的化学合成速率常数;

K_0 —— CD_3 和 D 热脱附的综合速率常数。

根据实验结果, 对 SMF-800 第一壁样品, 拟合出氦甲烷的化学合成激活能 E_R 为 32.7 $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ (7.8 $\text{kcal} \cdot \text{mol}^{-1}$), CD_3 和 D 热脱附的综合激活能 E_1 为 150 $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ (35.8 $\text{kcal} \cdot \text{mol}^{-1}$)。[1] 由于 D 和 CD_3 均有共价键与表面相联, 所以 E_1 值较大。

还研究了纯净的 SMF-800 石墨、G3 石墨、SiC+C 涂层石墨以及原位硼化的 SMF-800 石墨等样品在氦离子束轰击下化学腐蚀的温度特性。结果显示: 硼化石墨比高纯石墨具有好得多的抗化学腐蚀能力, 其 CD_4 产额较高纯石墨降低一个量级以上, CD_4 产额的峰值温区前移至 650 K 附近。

对 G3 石墨进行了 2.3 $\mu\text{A}/5\text{ keV}$ 氢离子束和中和电子束的联合同时辐照。电子束的协同辐照, 使 G3 石墨释放出更多的碳氢化合物, 其中甲基 (CH_3) 产额的增加系数在 1.2~1.7 之间 (室温至 670 K 温区内)。进行了 1.3 $\mu\text{A}/3\text{ keV}$ 氦离子束轰击下, SMF800 石墨样品释放氦甲烷 CD_4 的准角分布的实验。结果发现: 氦束入射角为 $45^\circ \pm 5^\circ$ 时, CD_4 释放的峰

值空区位于样品法线右侧 1° 处。当偏离法线 5° , CD_4 释放下降率约为 7%, 较相应的余弦分布下降率 (0.5%) 明显要快得多。

等离子体辐照涉及离子、电子和光子等粒子同时轰击而引起的协合效应 (Synergistic effect), 它产生的壁腐蚀远大于各单个粒子轰击所造成的腐蚀的线性叠加。因此在托卡马克中进行等离子体辐照石墨的原位实验研究, 并探索第一壁优化处理和杂质控制的新技术是非常重要的。

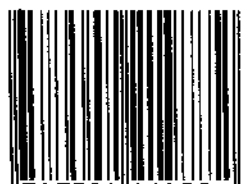
参 考 文 献

- 1 朱毓坤, 王明旭, 王志文, 邓冬生. 氦束轰击石墨化学腐蚀的实验研究. 核聚变和等离子体物理, 1997, 17 (1), 43
- 2 JET Task Force Divertor Programme Co-ordination Meeting, 1995. 03. 03
- 3 张年满, 王恩耀, 洪文玉等. HL-1M 装置内壁的硼化. 四川真空, 1996 (2): 1
- 4 Garcia-Rosales C, Gauthier E, Roth J, et al. Temperature-dependent Sputtering of doped graphites and boron carbide. J. Nucl. Mater., 1992, (189): 1
- 5 Mingam C, Conn R W, Dias F, et al. Application of SiC and B_4C Coat-mix Material: a New Candidate for Plasma-Facing Components. Fusion Technology, 1996 (175): 424
- 6 王明旭, 朱毓坤, 邓冬生等. 石墨及其涂层材料性能的研究. 四川真空, 1996 (2): 13

CHINA NUCLEAR SCIENCE & TECHNOLOGY REPORT

This report is subject to copyright. All rights are reserved. Submission of a report for publication implies the transfer of the exclusive publication right from the author(s) to the publisher. No part of this publication, except abstract, may be reproduced, stored in data banks or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior written permission of the publisher, China Nuclear Information Centre, and/or Atomic Energy Press. Violations fall under the prosecution act of the Copyright Law of China. The China Nuclear Information Centre and Atomic Energy Press do not accept any responsibility for loss or damage arising from the use of information contained in any of its reports or in any communication about its test or investigations.

ISBN 7-5022-1977-3



9 787502 219772 >