Некоммерческое акционерное общество
«Университет имени Шакарима города Семей»

УДК 621.039.619

На правах рукописи

МИНИЯЗОВ АРМАН ЖАНАРБЕКОВИЧ

Влияние теплового и плазменного воздействий на структурное состояние и свойства карбидного приповерхностного слоя вольфрама

8D05302 – Техническая физика

Диссертация на соискание степени
доктора философии (PhD)

Отечественный научный консультант

Лауреат государственной премии РК
в области науки и техники имени аль-Фараби,
д. ф.-м. н., профессор, ГНС РГП НЯЦ РК Скаков М.К. (РК)

Зарубежный научный консультант

д. т. н., профессор НИ ТПУ Градобоев А.В. (РФ)

Республика Казахстан
Семей, 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В данной диссертационной работе использованы ссылки на следующие стандарты:

– ГОСТ 7.1. Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления, 2003.

– ГОСТ 9450-76. Металлы. Измерение твердости по Виккерсу.– М.: Издательство стандартов, 1975 г.

– ГОСТ 9391-80. Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ВЧ	–	высокочистый
ИТЭР	–	Международный термоядерный реактор
ИАЭ	–	Институт атомной энергии
ИИС	–	информационно-измерительная система
КТМ	–	Казахстанский токамак материаловедческий
КОКНВО	–	Комитет по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования
КПУ	–	катодно-подогреваемый узел
МНВО РК	–	Министерство науки и высшего образования Республики Казахстан
МЭ РК	–	Министерство энергетики Республики Казахстан
НАО	–	Некоммерческое акционерное общество
НИР	–	научно-исследовательская работа
ОПМ	–	обращенный к плазме материал
ОЦК	–	объемно-центрированная кубическая решетка
ОЦК	–	объемно-центрированная кубическая
ППУ	–	плазменно-пучковая установка
ППР	–	пучково-плазменный разряд
ПОЕ	–	плазменно-обращенная единица
ПЭМ	–	просвечивающий электронный микроскоп
ПО	–	программное обеспечение
РГП НЯЦ РК	–	Республиканское государственное предприятие «Национальный ядерный центр Республики Казахстан»
РГП НИИС		Республиканское государственное предприятие «Национальный институт интеллектуальной собственности»
РФА	–	рентгенофазовый анализ
СЭМ	–	сканирующий электронный микроскоп
ТЯР	–	Термоядерный реактор
ТДС	–	термодесорбционная спектрометрия
ЭЛП	–	электронно-лучевая пушка
ЭДС	–	энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия
COD	–	crystallography open database (открытая база данных кристаллографии)
ELM	–	edge localized mode (краевой локализованный режим)

ВВЕДЕНИЕ

Как известно, в настоящее время в области развития термоядерных технологий активно изучается возможность применения вольфрама и его сплавов в качестве конструкционных материалов первой стенки и дивертора для разрабатываемых установок термоядерного синтеза. Изучение взаимодействия плазмы с поверхностью, и, самое главное, прогнозирование поведения конструкционных материалов в условиях реальной эксплуатации термоядерной установки осложняется формированием комплексных процессов в области взаимодействия плазмы с облицовкой защиты первой стенки и дивертора. Продукты этих процессов, включая эрозию, накапливаются в диверторной области термоядерной установки.

При эксплуатации термоядерных установок с графитовой облицовкой первой стенки (JT-60, Токамак КТМ) имеет место проблема эрозии углеродсодержащих материалов с последующим осаждением эродированных частиц углерода на поверхности других конструкционных материалов. В плазме эродированные частицы будут подвергаться ионизации под воздействием высокоэнергетических электронов и затем вместе с изотопами водорода взаимодействуют с плазмообращенной поверхностью конструкционного вольфрама. Результатом воздействия плазмы на материалы являются их распыление и испарение, изменение структуры и фазового состояния, а также формирование новых химических соединений на поверхности материала. При этом, в зависимости от параметров воздействия плазмы, может произойти образование приповерхностного карбидного слоя вольфрама. Эти факторы могут оказать значительное влияние на характер взаимодействия материалов, обращенных к плазме, с изотопами водорода в пограничной области.

В этой связи, перед специалистами стоит задача – изучить процессы образования приповерхностных карбидных соединений вольфрама и установить закономерности их влияния на структурное состояние и эксплуатационные характеристики материала в результате плазменного облучения. При создании термоядерного реактора на основе токамака выбор конструкционных материалов, которые способны выдерживать как постоянное, так и интенсивное мощное импульсное воздействие плазмы, является ключевой задачей. Поэтому, на наш взгляд, экспериментальные и теоретические исследования, связанные с изучением изменений структуры поверхности материалов, используемых для первых стенок и диверторных пластин в термоядерных установках, под воздействием плазменных потоков, имеют большое значение. Однако, экспериментальная сложность и многоаспектность взаимодействия плазмы термоядерного реактора с кандидатными материалами, а также высокие затраты на полномасштабные натурные испытания, обуславливают необходимость проведения экспериментальных исследований с помощью специализированных малых имитационных установок.

Цель настоящей работы: установить основные особенности изменений структурного состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате высокотемпературного теплового и плазменного воздействий на плазменно-пучковой установке (ППУ).

Для достижения поставленной цели были сформулированы и решены следующие **задачи:**

1) разработать расчетную модель температурного поля в вольфраме с приповерхностным карбидным слоем при высокотемпературном плазменном облучении;

2) разработать способ высокой тепловой нагрузки на вольфрам с карбидным слоем методом электронно-лучевого нагрева на ППУ;

3) установить закономерности влияния высокой тепловой нагрузки на структурное состояние и свойства приповерхностного карбидного слоя вольфрама;

4) исследовать изменения структурного состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате высокотемпературного облучения гелиевой плазмой.

Основные положения, выносимые на защиту

1) Приповерхностный карбидный слой оказывает значительное влияние на характер распределения температурного поля в вольфраме при облучении плазмой. Установлено, что при тепловой нагрузке 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2 плазменного облучения температура на плазмообращенной поверхности вольфрама с карбидным слоем составляет 905 °C и 1750 °C соответственно, тогда как температура поверхности вольфрама без карбидного слоя составляет 1115 °C и 2189 °C при соответствующих плазменных нагрузках.

2) Способ высокотемпературного воздействия на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем методом электронно-лучевого нагрева на ППУ в условиях высокого вакуума и газовой среды.

Способ основан на мощном электронно-лучевом воздействии плазменно-пучковой установки в вакуумной и газовой (гелий) среде с выдержкой в течение 3-х часов и контролируемым (1 °C/с) охлаждением. Способ обеспечивает высокотемпературный нагрев в диапазоне температур от 20 °C до 2500 °C, со скоростью от 10 °C/с до 500 °C/с. Разработанный способ позволил достичь расчетные температуры и параметры высокотемпературного нагрева вольфрама с приповерхностным карбидным слоем.

3) Особенности изменения структурного состояния приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате высокой тепловой нагрузки.

Установлено, что при 905 °C (q=10 МВт/м^2) приповерхностный карбидный слой вольфрама характеризуется высокой термической стабильностью структуры и препятствует эрозии поверхности. Тепловая нагрузка при 1750 °C (q=20 МВт/м^2) приводит к разрушению карбидного слоя WC, образованию трещин и деградации структуры поверхности материала.

4) Влияние высокотемпературного облучения гелиевой плазмой на структурное состояние и свойства приповерхностного карбидного слоя вольфрама.

Установлено, что при облучении гелиевой плазмой карбидные слои отрицательно влияют на свойства поверхности вольфрама, ускоряя образование коралловой структуры и гелиевых пузырьков при 905 °С. Определено, что приповерхностный карбидный слой WC имеет более слабое сопротивление к гелиевому повреждению, чем карбидный слой на основе W_2C. Гелиевое облучение при температуре 1750 °С приводит к более обширному повреждению поверхности материала с образованием оплавленных выступов.

Научная новизна работы заключается в том, что в ней **впервые**:

– разработан и апробирован способ высокотемпературного испытания вольфрама методом электронно-лучевого воздействия на ППУ в вакуумной и газовой среде (Патент на изобретение № 35911 от 21.10.22 г. Бюллетень №42);

– установлены особенности изменения структурно-фазового состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате высокого теплового воздействия и высокотемпературного облучения гелиевой плазмой.

Объект исследования: вольфрам с приповерхностным карбидным слоем в условиях высокомощного теплового и плазменного воздействий.

Предмет исследования: влияние теплового и плазменного воздействий на структурное состояние и свойства вольфрама с приповерхностным карбидным слоем.

Методы исследования

Для расчета температурного поля модели моноблока дивертора термоядерного реактора и моделирования тепловой нагрузки при плазменном облучении использовался программный комплекс ANSYS. Эксперименты по тепловому воздействию и плазменному облучению выполнены на ППУ. В экспериментах применены методы оптической спектрометрии и масс-спектрометрии, контактные и бесконтактные методы контроля температуры, метод зондовой диагностики для определения вольтамперных характеристик плазмы. Для анализа накопления газов в образце использовали метод термодесорбции. Исследования структурного состояния и фазового состава образцов проводили с использованием методов металлографического и микроструктурного анализа, включая оптическую, сканирующую и просвечивающую электронную микроскопии, а также рентгеноструктурный анализ. Определение площади поверхности образцов производилось с использованием стереоскопического микроскопа в программной среде Altami Studio. Количественную и качественную оценку микроструктуры образцов проводили с применением программного обеспечения AXALIT. Определение элементного состава проводилось методом рентгеноспектрального микроанализа. Физико-механические свойства образцов изучали методом измерения микротвердости по Виккерсу на автоматическом твердомере Q10A+, массы на аналитических весах Mettler Toledo MS205DU и шероховатости поверхности образцов с помощью профилометра Mitutoyo Surftest SJ-410.

Практическая значимость работы

1) Разработанный способ высокотемпературного нагрева и методика исследования взаимодействия плазмы с приповерхностным карбидным слоем

вольфрама апробированы в ходе проведения настоящих исследований и внедрены в процедуру подготовки и проведения экспериментов по испытанию конструкционных материалов на плазменно-пучковой установке в рамках научно-технической деятельности филиала «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК (Акт о разработке методики №12-230-02/1579вн от 24.08.2022 г. Акт о внедрении №12-230-02/1584вн от 02.10.2023г.).

2) Полученные данные в рамках диссертационной работы используются в реализации задач Программы научных исследований на Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ на 2021-23 годы от 12.03.2021 г.

3) Результаты исследований о влиянии карбидного слоя на свойства вольфрама при воздействии высокой тепловой нагрузки и плазменного облучения могут быть рекомендованы практикам материаловедам в области разработки и испытания элементов термоядерного реактора, и анализе рабочих ресурсов.

4) Получен акт о внедрении результатов диссертационной работы в учебный процесс кафедры Технической физики и теплоэнергетики Некоммерческого акционерного общества «Университет имени Шакарима города Семей».

Личный вклад автора

Автор непосредственно принимал участие в выполнении экспериментальных исследований и выборе методов исследования, в постановке цели и задач диссертационной работы, анализировал результаты патентного поиска и литературного обзора. Анализ результатов, полученных в ходе проведения диссертационного исследования, а также формулировка основных выводов и заключения выполнены совместно с научными консультантами.

Все экспериментальные работы проводились в тесном сотрудничестве с ведущими учеными и специалистами филиала «Институт атомной энергии» Республиканского государственного предприятия «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» (ИАЭ РГП НЯЦ РК).

Связь работы с научно-исследовательскими программами

Диссертационная работа выполнена в рамках Республиканской бюджетной программы 036 «Развитие атомных и энергетических проектов» подпрограмма 105 «Прикладные научные исследования технологического характера в сфере атомной энергетики» мероприятие «научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ» Министерства энергетики Республики Казахстан, где автор участвовал в качестве основного исполнителя и руководителя:

– по теме 01.01. «Экспериментальные исследования влияния покрытий на свойства материалов, обращенных к плазме, на имитационном стенде с плазменно-пучковой установкой» раздела 01. Отработка методик проведения исследований на КТМ и средств контроля физических параметров высокотемпературной плазмы КТМ в процессе ее взаимодействия с материалами в 2018-20 г.г. (Госрегистрация №0115РК02433);

– по теме 02.01. «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама» раздела 02. «Разработка и экспериментальное обоснование инновационных технологий для создания термоядерного реактора» в 2021–2023 г.г. (Госрегистрация №0115РК02433).

Степень достоверности и обоснованности полученных результатов обеспечивается корректностью и системностью проведенных расчетно-экспериментальных исследований. Основные результаты получены с помощью прямых, хорошо апробированных экспериментальных методов исследования. Полученные результаты опубликованы в статьях изданий, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан, а также в статьях в рецензируемых зарубежных научных журналах, включенных в базы данных Scopus и Web of Science, в сборниках трудов международных научных конференций ближнего и дальнего зарубежья. Получен патент на изобретение, опубликованный в бюллетене РГП «Национальный институт интеллектуальной собственности».

Апробация диссертационной работы

Материалы диссертационной работы широко апробированы и представлены на следующих научных мероприятиях:

1) 14-я Международная конференция "Gas Discharge Plasmas and Their Applications”, г. Томск, РФ, 15 – 21 сентября 2019 г.

2) 24-я Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» (ISI-2019), г. Москва, РФ, 19 – 23 августа 2019 г.

3) II Международный научный форум «Ядерная наука и технологии», ИЯФ, г. Алматы, 24 – 27 июнь 2019 г.

4) VII Международный конгресс «Energy Fluxes and Radiation Effects» (EFRE 2020), Tomsk, Russia, 14 – 25 сентября 2021 г.

5) 15-я Международная конференция “Gas Discharge Plasmas and Their Applications”, г. Томск, РФ, 5 – 10 сентября 2021 г.

6) Международная онлайн конференция “Advanced manufacturing materials and research: new technologies and techniques AMM&R2021”, г. Усть-Каменогорск, 19 февраля 2021 г.

7) IX Международная конференция “Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала”. г. Курчатов, 7 – 9 сентября 2021 г.

8) Семинар-конкурс постерных докладов «Shakarim Poster Event». НАО «Университет имени Шакарима города Семей», г. Семей, 13 апреля 2022 г.

9) Международная научно-практическая конференция «Увалиевские чтения – 2022. Актуальные проблемы науки и образования в условиях современных вызовов». г. Усть-Каменогорск, 23 – 24 сентября 2022 г.

10) Международный научно-технический семинар «30 лет научно-технического сотрудничества в области мирного использования атомной энергии». г. Курчатов, 17 – 20 мая 2022 г.

11) 10-я Международная конференция «Nanomaterials and Advanced energy storage systems» г. Астана, 4 – 6 августа, 2022 г.

12) 32-й Сипмпозиум по термоядерным технологиям «Symposium on Fusion Technology» (SOFT 2022). г. Дубровник, Хорватия. 18 – 23 сентября 2022 г.

13) XV Международная конференция «Физика твердого тела». г. Астана, 8 – 10 декабря, 2022 г.

14) Third Annual Meeting of Kazakh Physical Society. г. Курчатов, 7 – 11 июня 2023 г.

15) XXVI Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью-ISI2023». г.Ярославль, РФ. 21 – 25 августа 2023 г.

16) Международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон». г. Курчатов. 12 – 14 сентября 2023 г.

17) 29-я Международная конференция «International Fusion Energy Conference», г. Лондон, Великобритания, 16 – 20 октября 2023 г.

Также результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры «Техническая физика и теплоэнергетика» НАО «Университет имени Шакарима г. Семей», на заседаниях Научно-технического совета РГП НЯЦ РК и филиала «Институт атомной энергии», а также на семинарах PhD-докторантов.

Публикации

Всего по результатам изложенных в диссертации исследований опубликованы 20 печатных работ, в том числе в рецензируемом научном издании РК, рекомендованном КОКНВО МНВО РК – 1, в журналах, индексируемых в Scopus и Web of Science – 4, патент на изобретение РГП НИИС – 1 и в сборниках трудов международных конференций – 12, и в других изданиях 2.

Структура и объем диссертации

Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка использованных источников. Изложена на 108 страницах, содержит 46 рисунков, 11 таблиц и список использованных источников из 197 наименований.

1 ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПЛАЗМЕННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ВОЛЬФРАМ С ПРИПОВЕРХНОСТНЫМ КАРБИДНЫМ СЛОЕМ (ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР)

Настоящий раздел содержит обзор научно-технической литературы и результаты патентного поиска в области исследований взаимодействия плазмы с вольфрамом. В анализе представлены результаты последних (2000–2023 гг.) работ, посвящённых процессам переосаждения на поверхности вольфрама, образованию карбидного слоя на поверхности вольфрама и изменению структурного состояния и свойств вольфрама в результате плазменного облучения. Проведен сравнительный анализ взаимодействия He-, H- и D-плазмы с вольфрамом. Обоснованы цель работы и условия экспериментов (плотность энергии, поток и флюенс частиц) для решения поставленных задач. Особое внимание было уделено влиянию теплового и плазменного воздействий на структурное состояние и свойства карбидного приповерхностного слоя вольфрама.

1.1 Вольфрамовая облицовка дивертора термоядерного реактора

Известно, что основными кандидатами для конструкционных элементов, контактирующих с плазмой в ИТЭР, являются вольфрам (W) и бериллий (Be) [1, 2]. В термоядерном реакторе одним из важнейших компонентов является полоидальный дивертор, который является самым большим, сложным и дорогим из когда-либо созданных конструкционных компонентов термоядерных установок. Европейским Внутренним Агентством в 2018 году был изготовлен прототип кассеты дивертора, который имеет размеры 0,8×2,3×3,5 м и весит примерно 8 т [3].

Основной задачей дивертора является «очищение» плазмы от загрязнений, возникающих в результате нагрева и взаимодействия плазмы со стенками камеры. Плазма, попадающая в диверторную область, будет охлаждаться, нейтрализоваться, а затем откачиваться тремя крионасосами. Это сделано для удаления образующегося гелия и примесей из плазмы, а также для поддержания постоянного состава плазмы.

Внутренние и внешние вертикальные мишени представляют собой сборку из плазменно-обращенных единиц, состоящих из вольфрамовых моноблоков (вольфрамовые тайлы) с вихревой лентой в трубке охлаждения из хромоциркониевой бронзы CuCrZr (рисунок 1). Вертикальные мишени делятся на нижнюю часть, которая взаимодействует с высоким тепловым потоком, и на верхнюю отражательную часть, которая состоит из плоских плиток с гипервапотронным каналом охлаждения и подвергается воздействию меньшего теплового потока.

На рисунке 1 показан вольфрамовый моноблок плазменного узла внутренней вертикальной мишени дивертора ИТЭР [4].

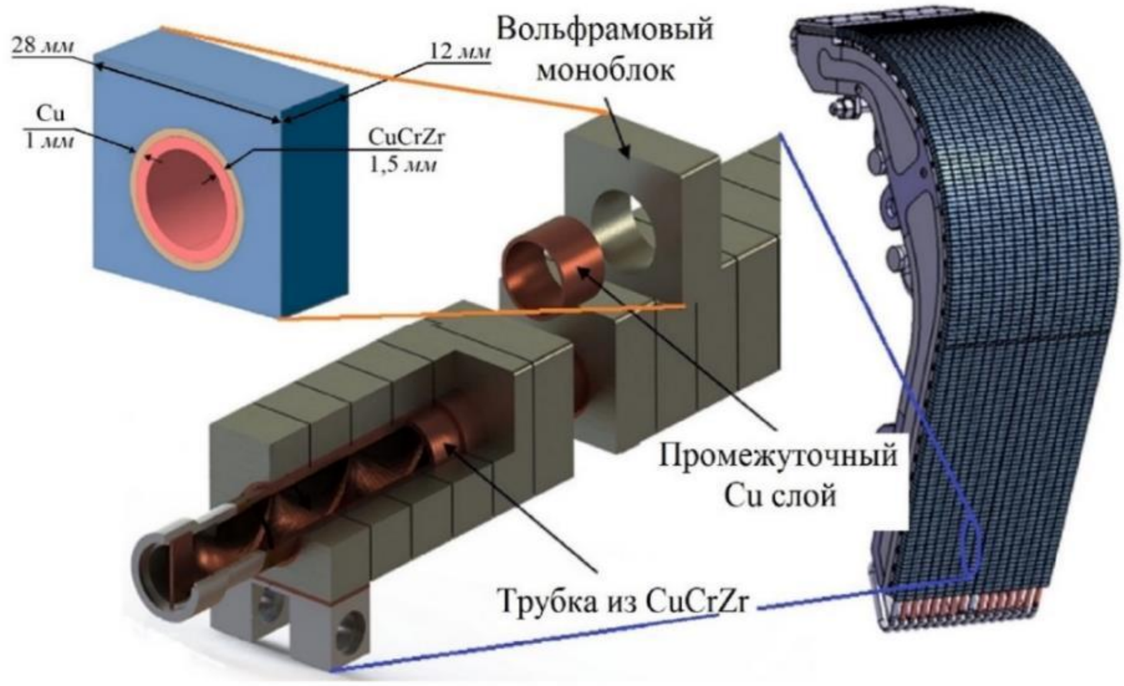


Рисунок 1 – Расположение и размеры конструкции вольфрамового моноблока [4, стр. 2]

Моноблок имеет (тороидальную) ширину 28 мм, а его длина (полоидальная) вдоль оси охлаждающей CuCrZr-трубки составляет 12 мм. Толщина вольфрамового моноблока над медным промежуточным слоем пока не определена, однако она будет находиться в диапазоне от 6 до 8 мм. В базовой конструкции предусмотрено простое тороидальное скашивание каждого моноблока с глубиной скоса 0,5 мм. Эта глубина скоса была выбрана исходя из максимального смещения 0,3 мм между соседними плазменными узлами. Трубка из хромоциркониевой бронзы CuCrZr имеет внутренний диаметр 12 мм и внешний диаметр 15 мм, а толщина промежуточного безкислородного медного слоя составляет 1 мм. Моноблок активно охлаждается водяным контуром высокого давления (4,0 МПа). Температура воды на входе составляет 70 °C [5].

Готовый прототип внутренней вертикальной мишени, изготовленный в Итальянском Национальном Агентстве по новым технологиям в 2018 году, представлен на рисунке 2 [6].

Как компонент, обращенный к плазме, купол дивертора испытывает высокие тепловые потоки и предназначен для извлечения большей части тепловой энергии плазмы. Экстремальные условия эксплуатации купола дивертора предъявляют высокие требования к его конструкции и системе охлаждения для обеспечения необходимого температурного режима. Диверторный купол разделен на три обращенные к плазме компоненты, а именно: внутреннюю отражающую пластину, зонтик и внешнюю отражающую пластину. Каждый из этих компонентов включает 10–12 параллельно соединенных специальных каналов охлаждения, известных как гипервапотроны [7–10]. На текущий момент активно ведется разработка конструкции центральной сборки дивертора, которая в целом соответствует эксплуатационным требованиям для первой загрузки дивертора в реактор-токамак ИТЭР. Благодаря тщательной оптимизации расположения моноблоков по дивертору расчетный срок службы дивертора составит 10 лет, то есть его придется заменять дважды за период работы ИТЭР.

Рисунок 2 – Внутренняя вертикальная мишень дивертора с вольфрамовой облицовкой [6, стр. 1]

Выбор материала для первой стенки и дивертора играет ключевую роль в решении вышеописанных проблем. С 2013 года было принято решение о создании дивертора ИТЭР полностью из вольфрама [12], так как его положительные свойства, такие как высокая температура плавления, хорошая теплопроводность, высокий энергетический порог распыления под действием частиц плазмы и низкий захват трития, соответствуют требованиям к материалам и компонентам, взаимодействующим с плазмой [13–17]. Дивертор будет подвергаться интенсивным плазменным и тепловым нагрузкам как в стационарных режимах работы токамака, так и в нестационарных ситуациях, таких как ELM-события и срывы плазмы. Тепловые нагрузки на диверторные пластины в случаях ELM-событий и срывов плазмы могут достигать значений в диапазоне от 0,6 $ГВт·м^{-2}$ до 3,5 $ГВт·м^{-2}$ [18], а также облучению ионами гелия с энергией 3,5 МэВ и нейтронов с энергией 14 МэВ [19–22].

При таких плазменно-тепловых воздействиях на материал происходят изменения структуры поверхности, плавление и разрушение, рекристаллизация, эрозия, а также формирование неоднородных и пористых слоев на поверхности материала, включая образование блистеров, образование водородных и гелиевых пузырьков, вольфрамового «пуха» [23, 24].

Воздействие плазмы и продуктов термоядерного синтеза на вольфрам приводит к дефектам кристаллической решетки внутри материала, в которых могут накапливаться атомы водорода, гелия и его изотопов. В соответствии с основными требованиями к материалам, обращенным к плазме, уровень накопления топливного трития должен быть минимальным. Следовательно, проблемы, связанные с накоплением изотопов водорода и гелия и формированием пузырьков на поверхности вольфрама, представляют собой критические аспекты для будущих термоядерных установок. На решение этих проблем направлены исследования, проводимые в различных странах, включая Японию, Германию, США, Китай и др [25].

В термоядерной энергетике важно снижение износа материалов как в нормальных режимах работы, так и во время переходных событий, а также правильный выбор этих материалов [26].

Основные требования, предъявляемые к материалам для конструкционных элементов дивертора, включают такие свойства, как высокая теплопроводность, высокая термостойкость и стабильность, высокая температура рекристаллизации и достаточная пластичность для эксплуатации при нейтронной нагрузке.

Поэтому сегодня в области материаловедения активно исследуется использование вольфрама и его сплавов в качестве структурных материалов для разрабатываемых установок термоядерного синтеза. Несмотря на преимущества такого материала, такие как высокая температура плавления и стойкость к эрозии, существует несколько недостатков. У вольфрама низкий порог разрушения, то есть он подвержен к образованию трещин. Для детального изучения поведения вольфрама и его соединений с плазмой, важно оценить механизмы разрушения чистого материала вольфрама.

Изменение температуры приводит к образованию трещин в материале, возникновению высоких термических напряжений, зависящих от приложенной плотности мощности, рекристаллизации и роста зерен. Последнее может привести к фатальному разрушению компонентов. Таким образом, для изучения взаимодействия вольфрама с плазмой необходимо расставлять акценты на длительности эксплуатации, изменения структуры плазмообращенной поверхности и захвате изотопов водорода и гелия.

1.2 Физические приповерхностные процессы при взаимодействии плазмы с вольфрамом и образование приповерхностного карбидного слоя

Как было отмечено ранее, одной из главных задач при создании термоядерного реактора на основе токамака является определение подходящих материалов, которые смогут выдержать как постоянное, так и интенсивное импульсное воздействие плазмы. Исследование воздействия ядерно-физических излучений на твердые среды также представляет интерес для исследователей, занимающихся изучением основных закономерностей взаимодействия заряженных частиц с твердыми материалами различной электронной структурой [27–32]. Изучение изменений в структуре поверхности материалов, применяемых в первых стенках и диверторных пластинах термоядерных установок при воздействии плазменных пучков, представляет собой область исследований, обладающую высоким научным и техническим значением [33–35].

Облучение ионным пучком представляет собой неравновесный процесс, способный вызвать серьезные изменения в материале, такие как образование различных дефектов, химических соединений, метастабильных фаз, затвердевания материала и других нежелательных явлений.

На рисунке 3 представлены процессы, которые могут сопровождать взаимодействие плазмы с поверхностью материала.

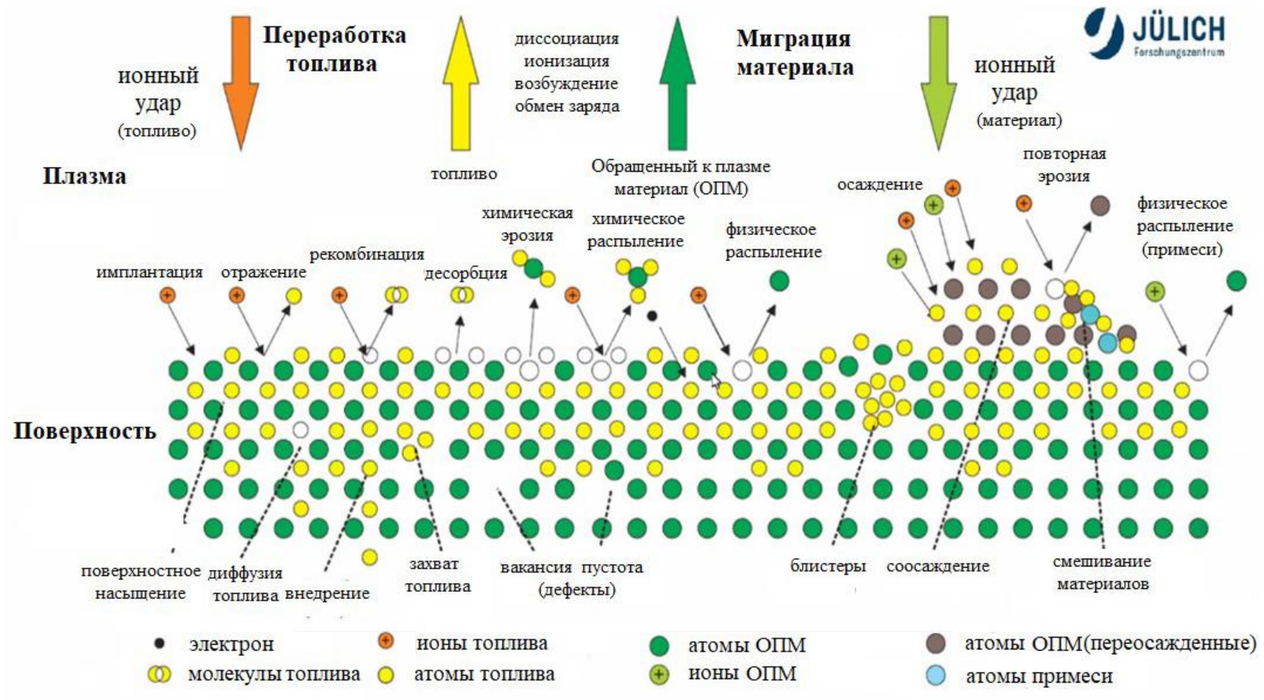


Рисунок 3 – Синергетические процессы при взаимодействии плазмы с поверхностью материала [36]

Результаты различных исследований подтверждают, что высокоэнергетическое облучение приводит к осаждению и образованию соединений на поверхности материала [37].

В термоядерных реакторах, где плазма состоит из изотопов водорода, проблема распыления становится критической. Магнитные поля не полностью удерживают плазму, что приводит к тому, что ионы достигают стенок камеры и вызывают распыление ее поверхности.

Различают два типа распыления: физическое и химическое [38]:

1) физическое распыление:

- *Механизм:* происходит в результате передачи импульса от бомбардирующих ионов.
- *Пороговая энергия:* требуется достаточная энергия от ионов для физического срыва атомов или молекул из поверхности материала.
- *Эффект:* физическое распыление может вызвать образование микрочастиц, которые могут затем долететь и повлиять на другие компоненты системы.

2) химическое распыление:

- *Механизм:* происходит в результате химических реакций между ионами плазмы и материалом поверхности.
- *Пороговая энергия:* требуется более низкая энергия, по сравнению с физическим распылением, так как вовлечены химические реакции.
- *Эффект:* химическое распыление может вызвать молекулярное распыление материала, а также образование новых соединений.

Распыление является ключевой проблемой в термоядерных реакторах, поскольку срок службы материалов, подвергающихся воздействию плазмы, зависит от степени эрозии поверхности. Для более глубокого понимания этого процесса требуется дополнительное исследование.

Как было отмечено выше, еще одним изменением поверхности вольфрама является образование пузырьков (блистеринг) – это образование пузырей в приповерхностных слоях твердого тела при его облучении газовыми ионами. В работе [39] автор описал теорию блистеринга и установил условие его возникновения (1). Согласно его теории, образование блистеров начинается с критической плотности потока Φ_{kr}, которая растет с энергией ионов, а также с увеличением растворимости газа. Если за время облучения потоком Φ_{kr} распылится слой, больший, чем средняя глубина проникновения ионов, то концентрация атомов газа в поверхностном слое мишени будет всегда меньше критической и блистеры не образуются. Отсюда следует:

$$S\Phi_{kr} \leq R_i N, \tag{1}$$

где S – коэффициент распыления, Φ_{kr} – критическая плотность потока, R_i – глубина проникновения ионов, N – число атомов в 1 см^3. Необходимо отметить, что критическая плотность потока для монокристаллических образцов зависит и от кристаллографической ориентации.

Размеры блистеров определяются в основном энергией ионов и температурой. При низких температурах ($T \leq 200$ °C) блистеры чаще бывают круглыми, также они могут иметь форму овалов и эллипсов. В работе [39, стр. 5] представлена зависимость размера блистеров от энергии как $d \sim E^{3/4}$. При $T > (0{,}1 – 0{,}2)T_{пл}$ и достаточно больших энергиях ионов блистеры не образуются, а происходит вздутие с дальнейшим отделением части облученной поверхности. Этот процесс называют отшелушиванием или флекингом. В интервале температур $0{,}4\ T_{пл} < T < (0{,}5 – 0{,}6)\ T_{пл}$ отшелушивание сменяется блистерами меньших размеров. При $T > (0{,}5 – 0{,}6)T_{пл}$ образуется пористая поверхность не подверженная блистерингу.

За последние десятилетия были проведены важные исследования для лучшего понимания образования пузырей, блистеров на поверхности и удержание изотопов H [40, 41]. Было установлено, что на образование пузырей и блистеров влияют определенные факторы, которые можно разделить на две группы. К одной группе относятся микроструктура и характеристики материала, например ориентация зерна [42]. К другой группе факторов можно отнести условия воздействия, например, температура воздействия [43], энергия ионов [44], ионный поток и ионный флюенс [45, 46].

При эрозии плазмо-обращенных материалов в термоядерной установке возникают эродированные примеси, которые могут образовывать смешанные слои и в результате переосаждения может привести к образованию приповерхностных карбидных слоев [47]. Однако влияние карбидных слоев на процессы взаимодействия плазмы с вольфрамом и их свойства требует дополнительных исследований. Как известно, карбиды вольфрама (WC, W_2C) могут легко образовываться на поверхности W за счет взаимодействия между плазмой и поверхностью W в атмосфере примесей, содержащих C, в токамаках [48]. Поэтому исследование влияния карбидного слоя на поверхности вольфрама на его физико-механические свойства и структурно-фазовое состояние, а также на удержание изотопов водорода и гелия является важной задачей.

При воздействии плазмы на W происходит модификация его поверхности посредством ионной бомбардировки, включая распыление, отражение ионов, имплантацию ионов, удержание (диффузия и захват). Нагрев же поверхности W в основном происходит из-за электронов плазмы [49]. Следовательно, дивертор будет подвергаться интенсивному плазменно-тепловому воздействию с энергией изотопопов водорода (H, D, T) от нескольких эВ до нескольких кэВ, с очень небольшим количеством ионов гелия (He) в диапазоне энергий МэВ. По результатам исследований последнего десятилетия установлено, что порог распыления W изотопами водорода при нормальном падении – 230 эВ [50].

Также известно, что во многих термоядерных установках применяют вольфрамовые покрытия, нанесенные на графит, углеграфитовые материалы, либо графитовые материалы без покрытия, как например, в Казахстанском материаловедческом токамаке (КТМ) [51]. В результате эрозии графитовых материалов в рабочей камере термоядерных установок на обращенных к плазме поверхностях вольфрама будут формироваться смешанные слои карбидов. При этом, как показывает анализ литературы, не в полной мере изучены вопросы влияния карбидных фаз на эволюцию морфологии поверхности вольфрама в процессе взаимодействия с высокотемпературной плазмой.

Карбидизированный слой на поверхности W может действовать как диффузионный барьер и играть важную роль в захвате, удержании и диффузии изотопов H в W. Работы [52, 53] посвящены исследованию влияния примесей C на образование блистеров в W при облучении смешанным пучком ионов C и H. На рисунке 4 представлен масс-спектр пучка смешанных ионов, на котором можно увидеть, что атомы водорода наблюдались как ионы H_3^+, H_2^+ и H^+. Основной составляющей пучка были ионы H_3^+ (70–80%). Атомы C наблюдались в виде молекулярных ионов CH_x^+ и молекулярных ионов $C_2H_x^+$.

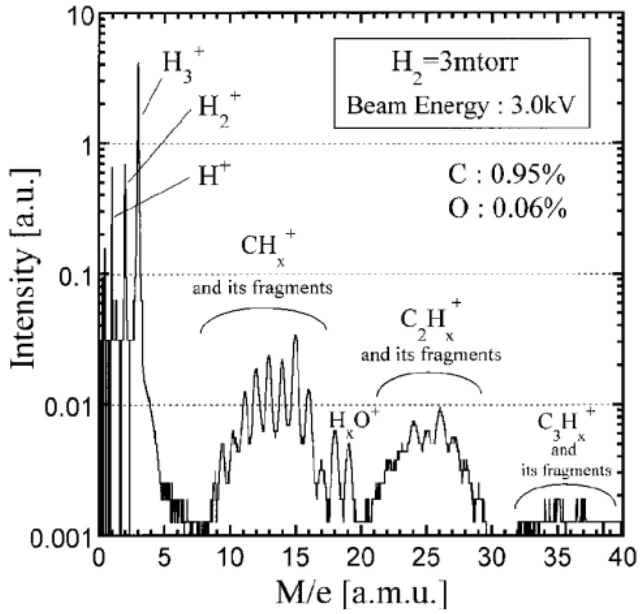


Рисунок 4 – Масс-спектр для пучка смешанных ионов углерода и водорода [53, стр. 205]

Было установлено, что в зависимости от концентрации С происходит усиление образования пузырей при одновременном облучении Н и С. На рисунке 5 показаны СЭМ-изображения поверхности W после облучения пучком смешанных ионов Н и С с различным содержанием С при температуре 380 °С и энергией ионов Н – 333 эВ и С – 1 кэВ.

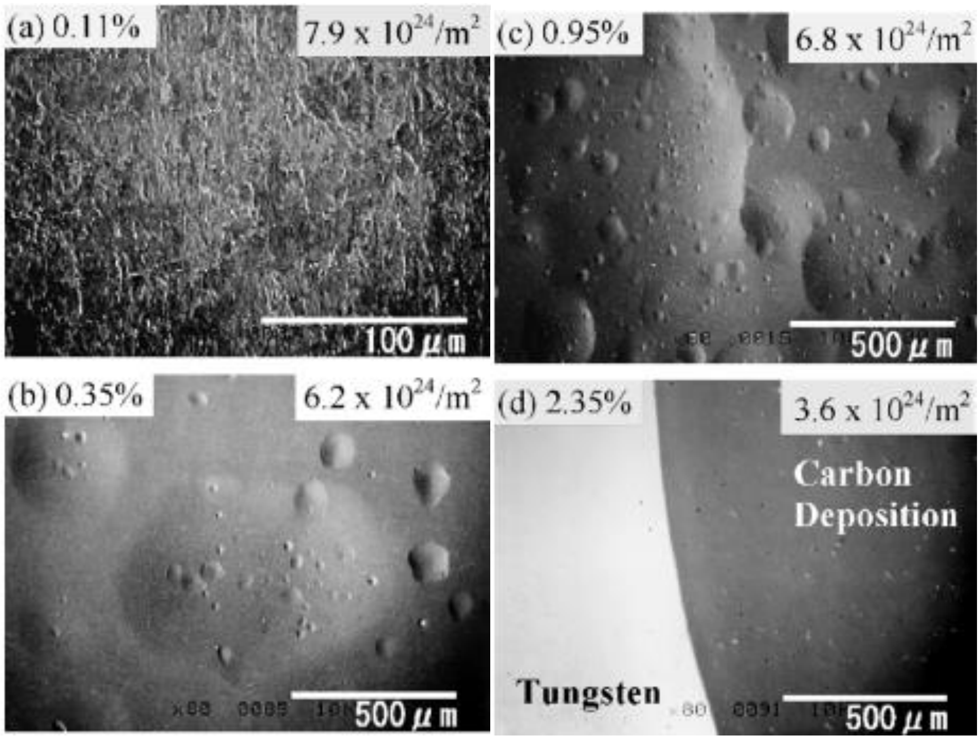


Рисунок 5 – СЭМ-изображения поверхностии W после облучения смешанным ионным пучком С и Н с энергией ионов Н – 333 эВ и С – 1 кэВ при 380 °С. Концентрация С составляла (a) 0,11%, (b) 0,35%, (c) 0,95 %, (d) 2,35% [53, стр. 206]

Как видно на рисунке 5, небольшое количество примеси C в ионном пучке оказывало большое влияние на образование блистеров. При содержании C более 0,35% образовывалось большое количество пузырей разного размера, причиной чего могло быть отложение C в виде слоя WC на поверхности, который может действовать как диффузионный барьер и из-за низкой диффузионной способности H в слое WC, уменьшая количество достигающего поверхности и высвобождаемого H.

Исследование диффузии и удержание D в W и карбидах вольфрама, полученных магнетронным распылением, хорошо описывают влияние карбидов на процессы газовыделения. В работе [54] образцы карбидов вольфрама подвергались облучению D плазмой с энергией ионов 250 эВ, 350 эВ и 500 эВ. Поток ионов D составлял примерно $7{,}5 \cdot 10^{19}$ м$^{-2}$·с$^{-1}$. Температура поверхности образцов при облучении составляло 200-400 °C. Согласно результатам работ концентрация D в WC была в 5 раз выше, чем в чистом W, за счет образования дефектов. На рисунке 6 представлен ТДС анализ образцов WC и W, на котором можно заметить, что пик десорбции D для WC представляет собой синглет, тогда как для W представляет собой дублет.

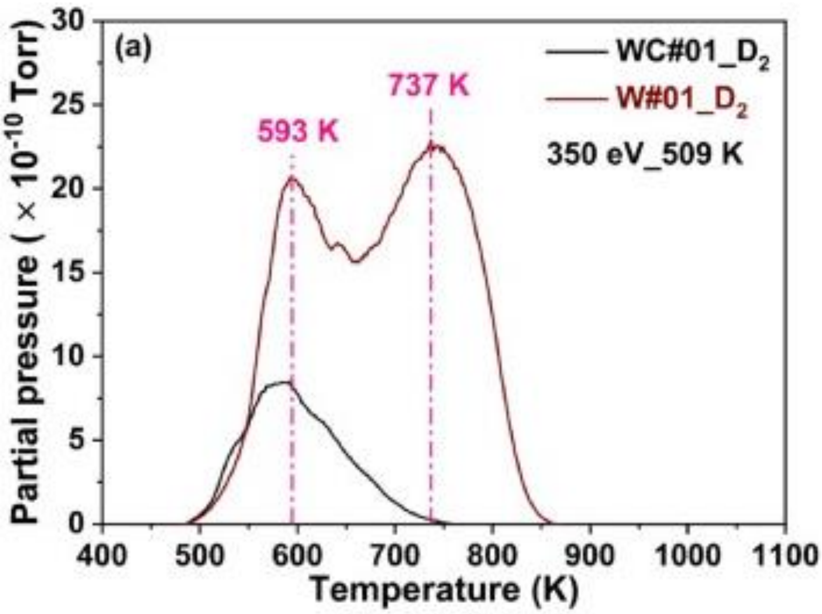


Рисунок 6 – Результаты ТДС-анализа образцов WC и W [54, стр. 12]

Температура пика десорбции D для WC близка к пику низкотемпературной десорбции D для W, и оба они более чем на 100 °C ниже, чем высокотемпературный пик десорбции D для W. По результатам ТДС анализа авторы данной работы сделали предположения о том, что температурные диапазоны десорбции соответствуют захвату D гексаэдрическими междоузлиями II и C вакансиями в образцах WC, а для образца W захвату D одиночными вакансиями и кластерами вакансий. Также стоит отметить, что образование блистеров на поверхности образцов не наблюдалось.

В работе [55] результаты экспериментов по облучению образцов с многослойной системой W–C при температуре 100 °C D плазмой с потоком ионов до $9 \cdot 10^{19}$ м$^{-2}$·с$^{-1}$ и энергией 38 эВ показали, что диффузия D в многослойной системе W–C может быть существенно снижена за счет образования WC и практически полностью подавлена за счет образования W_2C.

1.3 Высокотемпературное воздействие на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем

Анализ как экспериментальных, так и теоретических исследований демонстрирует, что в токамаке реакторного масштаба повышенные тепловые нагрузки на первую стенку возникают в стационарной стадии разряда. В условиях сильного магнитного поля токамака продольная теплопроводность превышает поперечную, и пространственное распределение тепловой нагрузки на поверхности дивертора зависит от радиального распределения тепловых потоков.

В термоядерных реакторах, материалы, обращенные к плазме, подвергаются воздействию экстремальных температур. Малейшее изменение параметров плазмы могут привести к высокорискованным аномальным явлениям. Воздействие плазмы и продуктов термоядерного синтеза на вольфрам приводит к образованию дефектов кристаллической решетки и их комплексов во всем объеме материала, в которых возможно накопление атомов гелия, водорода и его изотопов. Более того, при плазменно-тепловой нагрузке наблюдаются изменения микроструктуры поверхности, рекристаллизация, эрозия, плавление, растрескивание и переосаждение вольфрама, а также формирование неоднородных и пористых слоев на поверхности вольфрама [56–58].

С учетом высоких тепловых нагрузок на диверторную мишень в стационарном режиме необходимость экспериментального исследования модификации поверхности этих материалов при воздействии стационарной плазмы приобретает особую важность. Как известно, дивертор ИТЭР будет работать при высокой температуре (≥1000 К) в течение длительного времени ($>10^7$ с), подвергаясь воздействию теплового потока ~10 МВт/м^2 стационарно (~20 МВт/м^2 импульсно) при интенсивной смеси ионизированных и энергетически нейтральных видов изотопов водорода (D и T), гелия (He) (потоки $>10^{24}$ м$^{-2}$·с$^{-1}$) и нейтронов. Более того, будут наблюдаться более интенсивные тепловые потоки, достигающие 1-10 ГВт/м^2 в течение ~0,5 мс в результате срывов плазмы и мод, локализованных на краю плазменного шнура (Edge Localized Mode) [59–66]. Такие события могут привести к значительному накоплению поверхностных повреждений дивертора в результате сложного радиационного, теплового и механического воздействия на него. Механизмы таких повреждений включают в себя пластическую деформацию, поверхностное растрескивание и локальное плавление, которые могут вызвать значительную эрозию, миграцию материала вокруг области дивертора и распространение вещества в плазму с дальнейшим ее загрязнением [67]. Без успешного решения этих проблем невозможно рассчитывать на создание энергетического реактора термоядерного синтеза со сроком эксплуатации более 10 лет.

В настоящее время существуют различные установки, позволяющие проводить высокотемпературный отжиг электронно-лучевым методом. Известен способ, описанный в работе [68], где обеспечивается быстрый термический нагрев объекта до 1200 °C со скоростью набора температуры от 10 °C/с до 150 °C/с. Предусмотрен процесс отжига как в вакууме, так и в различных газовых средах. Измерение температуры производится с помощью пирометрического оборудования. Недостатком этого способа является низкий предел температуры отжига до 1200 °C и небольшой диапазон скорости нагрева.

Наиболее близким техническим решением, выбранным в качестве прототипа, является способ, реализованный на установке, описанной в работе [69]. В данной установке используются паротутный, сорбционный и паромаслянные насосы для достижения минимального давления $4 \cdot 10^{-6}$ Торр. Для измерения температуры применяется термопара типа ХА. Отжиг может проводится в среде азота. Недостатком данного способа является температура отжига и скорость нагрева, которые ограничены термопарой и конструкцией нагревателя печи. В дополнение применение паромаслянного насоса повышает риск попадания в рабочий объем паров масла при экстренных условиях работы вакуумной системы. В главе 3 подробно описано разработанное изобретение, для решения задачи по высокотемпературному испытанию вольфрама на плазменно-пучковой установке.

Есть работы по испытанию кандидатов в конструкционные материалы термоядерных установок, например, в работе [70] изучали W, WC и композит WC-FeCr при термической нагрузке. По результатам работы, после термического удара WC имел меньшую шероховатость поверхности, что может свидетельствовать о его более высокой стойкости к образованию трещин. На всех образцах были крупные макро и микротрещины. В области трещин также наблюдалось обширное образование пустот, особенно локализованных на максимальной глубине трещины. В некоторых местах эти пустоты (трещины) соединяются. Макротрещины, т.е. более глубокие трещины свидетельствует о сравнительно хрупкой природе WC по сравнению с WC-FeCr. С увеличением теплового потока наблюдалось увеличение ширины трещин, расстояния между ними и шероховатости поверхности. При температуре 400 °C WC проявляет меньшую шероховатость по сравнению с чистыми вольфрамовыми пластинами, в то время как при 1000 °C его преимущество менее выражено, улучшая рекристаллизованный материал лишь в 3 раза. Возможно, более высокие характеристики при термической нагрузке, обнаруживаемые в WC по сравнению с чистым вольфрамом, являются результатом его более высокой прочности при повышенной температуре. По литературному обзору предел прочности при растяжении вольфрамовых образцов составляет 200–350 МПа при 1000 °C [71], что можно сравнить с пределом прочности при изгибе образцов WC в исследования в работе [70, стр. 241], который при 1,84 ГПа был до 9 раз выше. Хотя сравнение не столь убедительное, как могло бы быть, из-за различной геометрии нагружения, оно подтверждается данными о прочности вольфрама на изгиб, полученными в других работах. В работе [72] сообщают, что прочность при растяжении чистого вольфрама при 600 °C составляет приблизительно 700 МПа.

Учитывая положительные характеристики карбида вольфрама (высокая твердость 23-36 ГПа, температура плавления 2776 °C, высокая теплопроводность 29,33 Вт/(м·K), модуль Юнга 707 ГПа [73]), а также его значительную способность к пластической деформации [74], стоит рассмотреть возможности для ещё большего улучшения характеристик материалов, основанных на карбидах вольфрама. Ключевым параметром микроструктуры является размер зерен, который влияет как на прочность, так и на теплопроводность. В контексте теплопроводности было установлено, что добавление углерода в материалы, обработанные методом горячего прессования, может привести к заметному росту размера зерен, что, в свою очередь, увеличит теплопроводность. Однако следует отметить, что данное увеличение может сказаться на прочности материала. Электропроводность и прочность материала, вероятно, будут взаимосвязаны, и необходимо найти компромисс между этими свойствами. Поэтому взаимосвязь между размером зерен и стойкостью к тепловому удару предсказать затруднительно. В итоге, согласно выводам авторов [70, стр. 246], карбид вольфрама проявил более высокую устойчивость к тепловой нагрузке по сравнению с WC-FeCr, и при этом он остался стабильным относительно плавления в условиях проведения эксперимента.

В работе [75] были исследованы механические характеристики вольфрама при однократных импульсных нагрузках при повышенных температурах. Образцы из вольфрама, имеющие цилиндрическую форму диаметром 12 мм и высотой 5 мм, использовались для экспериментов в электронно-лучевой установке «JUDITH». Диапазон плотности мощности варьировался от 0,15 до 0,88 ГВт/м^2. Температурные значения охватывали диапазон от температуры, при которой вольфрам подвергается деформации из-за термических напряжений (критическая температура), до температуры рекристаллизации.

Механические разрушения поверхности материала оценивались по ширине трещин и расстоянию между ними. Во всех образцах микротрещины начинали образовываться при плотности мощности 0,6 ГВт/м^2 и выше, при длительности импульсов 5 мс. Авторы статьи отметили, что микротрещины возникали вследствие пластической деформации при максимальной температуре и последующего разрыва на границах скоплений зерен во время охлаждения. Также обнаружено, что при более интенсивных условиях разрушения микротрещины были менее выражены, возможно, в связи со снижением тепловых нагрузок за счет уменьшения модуля упругости при максимальных значениях температуры 600–800 °C.

В работе [76] представлены результаты расчетов и экспериментов, в ходе которых изучалось взаимодействие образца из порошкового и монокристаллического вольфрама с водородной плазмой при плотности мощности 100 ГВт/м^2 в течение 10–15 мс. Авторы отмечают, что тепловые нагрузки не приводят к существенному увеличению остаточных напряжений, однако наблюдаются пластические деформации, которые могут привести к накоплению микро- и макротрещин. Таким образом, при взаимодействии вольфрама с плазмой, разрушение поверхности происходит непрерывно с момента воздействия. Этот процесс включает в себя плавление, дефектообразование, а также разрушение приповерхностного слоя под воздействием нестационарного поля термонапряжений. Подробные исследования растрескивания и эрозии вольфрама обсуждаются в работах [76–80].

1.4 Плазменное облучение вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

Центрами захвата ионов гелия в вольфраме являются вакансии, дислокации и границы зерен, поскольку ионы гелия образуют слабую химическую связь с атомами вольфрама [81]. Некоторые экспериментальные исследования [82, 83] показали, что примеси могут увеличивать удержание гелия в вольфраме, включая такие элементы, как углерод, считающийся одним из наиболее распространенных примесей в вольфраме. Удержанный углерод может химически реагировать с вольфрамом, образуя карбидный слой на поверхности материала.

При облучении первой стенки и дивертора термоядерного реактора не только быстрыми нейтронами из центра плазмы, но и медленными ионами и атомами из периферии плазмы происходит необходимое воздействие. Работы [84, 85] показывают, что недостаточное проплавление частиц, формирующих покрытие, может привести к охрупчиванию и увеличению его пористости, что снижает твердость материала. Однако увеличение массовой доли карбидной фазы в покрытиях может улучшить их износостойкость.

Композиты вольфрам-карбид вольфрама (W/W_2C) рассматриваются как возможные конструкционные материалы для будущих ядерных термоядерных реакторов. Авторы работы [86] проводят исследования о влиянии имплантации гелия (He) на эволюцию микроструктуры поликристаллического композита W/W_2C, консолидированного методом спекания, гомогенно имплантированного при комнатной температуре ионами $4He^+$ с энергией 1 МэВ при флюенсе 8×10^{16} ион/см^2 и отжигали при 1873 K в течение 20 мин. Образцы анализировали с помощью сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии для изучения наличия и размера пузырьков гелия. Мономодальные пузырьки гелия в W (30–80 нм) ограничены точечными дефектами и границами зерен со значительной зоной оголения пустот (150 нм). Пузыри образуются не в полукарбиде вольфрама W_2C, а на границе $W|W_2C$ и имеют значительно больший размер (200–400 нм). Экспериментальные наблюдения за поведением и миграцией He в W и W_2C были оценены с помощью расчетов теории функционала плотности, предполагая, что миграция и накопление He в композите определяются эффективным связыванием He-He в кластерах, что приведет к декогезии. В присутствии кластеров He декогезия объемного W на свободные поверхности энергетически очень выгодна, но недостаточна в W_2C.

Следовательно, пузырьки наблюдаются только в зернах W и на границах раздела, а не в объеме W_2C.

Исследования по облучению ионами дейтерия монокристаллического вольфрама и карбида вольфрама подробно рассмотрены в работах [87–90]. В газофазно-осажденном и поликристаллическом вольфраме изотоп водорода – дейтерий, накапливающийся в структурных дефектах, зависит от температуры облучения, дозы облучения ионами дейтерия, а также их энергии. Следует отметить, что имплантированный дейтерий может диффундировать в объем вольфрамового образца при комнатной температуре и захватываться дефектами, при этом карбидная фаза не препятствует диффузии углерода. Увеличение концентрации дейтерия в вольфраме пропорционально квадратному корню от дозы облучения.

Накопление дейтерия в монокристаллическом и поликристаллическом вольфраме связано с формированием пузырьков в зоне ионной имплантации и, возможно, связано с захватом радиационными дефектами вакансионного типа [91]. Эксперименты в работе [92] также демонстрируют, что с увеличением температуры в слое WC концентрация дейтерия имеет более резкую тенденцию к уменьшению по сравнению с другими углеродосодержащими слоями.

В работах [93–95] представлены результаты исследований, посвященных разработке перспективных конструкционных материалов для термоядерной энергетики с учетом их функциональных характеристик. Анализ [96–103] подробно охватывает процессы взаимодействия водорода и гелия с вольфрамом.

По результатам исследований последнего десятилетия известно, что на поверхности вольфрама при воздействии гелиевой плазмой образуется вольфрамовых пух – слой микроскопических элементов с высоким содержанием пустот на поверхности, а так же гелиевые пузырьки [104–107].

По результатам экспериментов в имитационных линейных плазменных стендах установлено, что ключевыми параметрами изменения морфологии поверхности вольфрама являются энергия падающих ионов, поток ионов и температура поверхности [108].

Для изучения взаимодействия плазмы с поверхностью вольфрама выделены приоритетные параметры плазменного облучения, такие как минимальная энергия образования вольфрамового "пуха" (12 – 30 эВ), энергия для образования водородных (60 эВ) и гелиевых пузырей (5 – 50 кэВ). Рост водородных пузырей начинается при флюенсе частиц ~10^22 Н/м^2 (поток ионов $\sim10^{18}$ Н/м$^2\cdot$с), гелиевых пузырей $\sim10^{21}$ He/м^2 (поток ионов $\sim10^{17}$ He/м$^2\cdot$с). Эти пузыри образуются при температуре ~300 К в поврежденных областях поверхности вольфрама, и их размеры и плотность увеличиваются с повышением температуры. Ранние стадии появления вольфрамового "пуха" были зафиксированы при флюенсе ионов He $\sim10^{24}$ He/м^2 (поток ионов $\sim10^{20}$ He/м$^2\cdot$с), а температурный диапазон образования и роста пуха лежит в пределах 900÷2000 К [109].

В работах [110] было установлено, что примеси углерода на поверхности могут значительно уменьшить образование вольфрамового «пуха». В работе

[111] проведены исследования по влиянию углеродных примесей на морфологию поверхности вольфрама при облучении ионами гелия. Были проведены эксперименты по облучению вольфрама смешанными ионами гелия и углерода (0,5 %) с общим флюенсом ~10^{25} $м^{-2}$ при температуре 900 °C. По результатам рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии установлено, что поверхность образца покрылась слоем углерода в графитовой форме. Полученный углеродный слой предотвратил образование «пуха» на поверхности образца.

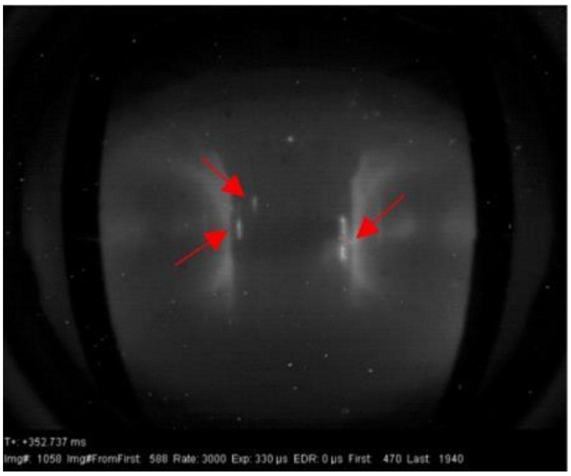
В работе [112] проведены исследования влияния углеродных примесей на морфологию поверхности вольфрама при облучении ионами гелия. Эксперименты по облучению вольфрама смешанными ионами гелия и углерода (0,5 %) с общим флюенсом ~10^{25} $м^{-2}$ при температуре 905 °C показали, что поверхность образца покрылась слоем углерода в графитовой форме. Этот углеродный слой предотвратил образование "пуха" на поверхности образца. Однако такие наноструктуры оказались хрупкими, и при высоких тепловых нагрузках они легко отделяются от поверхности, представляя собой источник вольфрамовой пыли, что является серьезной угрозой для понижения температуры плазмы в токамаках [113–115].

При увеличении энергии ионов гелия (1 кэВ – 300 кэВ) изменения морфологии поверхности вольфрама могут характеризоваться гелиевыми блистерами, чешуйками и порами. Глубина, плотность образования и размеры блистеров зависят от величины потока ионов и температуры образца [116]. Увеличение температуры поверхности при облучении с потоком ионов ~ 10^{18} – 10^{21} ион/$м^2$с приводит к отслаиванию крышек блистеров и создает пористую поверхность.

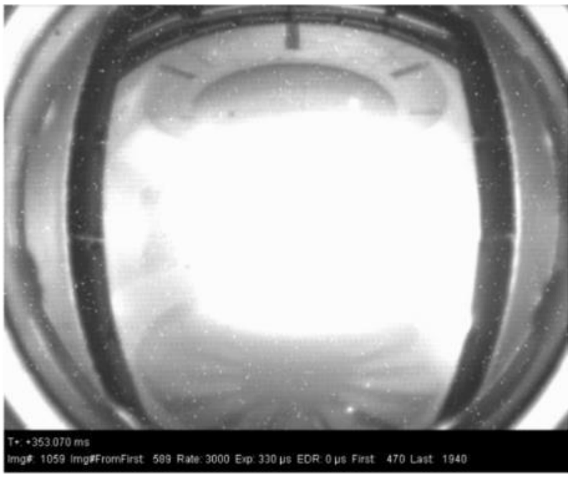
На данный момент существуют исследовательские термоядерные реакторы, использующие как вольфрам, так и углерод. Процесс образования карбидов на поверхности вольфрама имеет большое значение. Исследования взаимодействия систем углерод-вольфрам и вольфрам-углерод проведены многими исследователями [117–118], где изучаются образование смешанных слоев в результате эрозии материала, миграции и повторного осаждения.

Карбидный слой на поверхности вольфрама может действовать как диффузионный барьер и играть важную роль в захвате, удержании и диффузии ионов гелия. В работах [119–122] для исследования диффузии гелия и углерода в вольфрам облучали смешанным пучком ионов гелия и углерода. Предположено, что внутреннее давление газа из-за захваченного гелия и его накопление на границе вакансий или зерен карбидов вольфрама, может деформировать поверхностный слой и образовать пузыри. Было установлено, что количество примеси углерода оказывает большое влияние на образование блистеров. Также возможно, что имплантированный углерод диффундирует за пределы пробега ионов и создает дефектные участки, на которых задерживается гелий. Однако, повышенная концентрация углерода приводит к образованию углеродной пленки. При таком облучении блистеры на поверхности вольфрама не наблюдались.

В качестве плазмо-обращенного материала во многих термоядерных установок применены защитные покрытия из вольфрама или графитовые материалы без покрытия, как например в Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ [123–124]. На рисунке 7 представлены данные, подтверждающие распыление плазмо-обращенного материала первой стенки токамака КТМ графита при плазменном разряде. Рост тока плазмы, сопровождался выходом графитовой пыли со стенок камеры. На видеокадрах в момент генерации одного из импульсов жесткого рентгеновского излучения можно наблюдать свечение частиц графита. Спектр излучения плазмы (рисунок 7г) на плато тока для разряда КТМ показывает, что наблюдаются линии водорода из серии Бальмера (Hα, Hβ), а также линии таких элементов, как кислород (O III), углерод (C II, C III) и азот (N I).

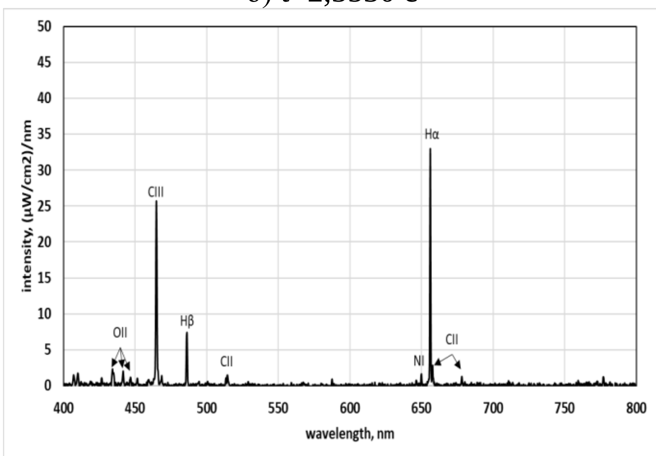


а) t=2,3527 с



б) t=2,3530 с

в) t=2,3584 с



г) Спектр излучения плазмы

Рисунок 7 – Видеокадры разряда токамака КТМ (частота 3000 к/с, экспозиция 330 мкс) [125]

Источником поступления примеси углерода являются графитовые тайлы, которые покрывают практически всю внутреннюю поверхность вакуумной камеры, что и приводит к поступлению углерода под действием облучения плазмы [125, стр. 20].

1.5 Предпосылки к реализации темы диссертационной работы

Сложность и многофакторность взаимодействия плазмы термоядерного реактора с материалами, а также дороговизна натурных испытаний на полномасштабных установках определяют необходимость проведения таких экспериментов с использованием малых специализированных имитационных установок.

В связи с этим экспериментальные работы по получению приповерхностного карбидного слоя вольфрама, высокотемпературному тепловому воздействию и облучению гелиевой плазмой были реализованы на ППУ [126, 127]. Эксплуатационные параметры установки свидетельствуют о возможности проведения экспериментов с приоритетными параметрами для термоядерных исследований, с целью воспроизведения изменений структуры поверхности вольфрама с карбидным слоем, рекристаллизации, эрозии, формирования неоднородных и пористых слоев на поверхности.

ППУ была создана для реализации экспериментальных задач в поддержку создания казахстанского материаловедческого токамака КТМ в 2010 году [128-132]. В рамках темы «Экспериментальные исследования влияния покрытий на свойства материалов, обращенных к плазме, на имитационном стенде с плазменно-пучковой установкой» Республиканской бюджетной программы 036 «Развитие атомных и энергетических проектов». В 2018-22 г.г. [133] выполнены исследования по получению карбидов вольфрама в условиях плазменного облучения. По результатам экспериментов на ППУ при облучении вольфрама метановой плазмой при постоянной температуре поверхности 1773 К было установлено, что это приводит к формированию приповерхностного карбидного слоя на основе W_2C и WC в зависимости от времени облучения (600 с и 3600 с соответственно) [134, 135].

Предпосылками к разработке настоящей темы являются ранее полученные результаты научно-исследовательских работ, связанные с исследованиями, выполненные в последние годы мировым сообществом. Результаты показали, что под действием плазменного облучения с высоким тепловым потоком на вольфрам наблюдаются процессы, приводящие к его растрескиванию, интенсивной эрозии и засорению плазмы частицами вольфрама, что, в конечном итоге, может привести к гашению плазмы и ускоренному разрушению вольфрамовых тайлов дивертора термоядерного реактора.

1.6 Выводы по литературному обзору, обоснование темы, постановка цели и задач исследований

В результате анализа современной научной литературы, посвященной теме диссертационной работы, были систематизированы и обобщены результаты исследований, проведенных в области конструкционных материалов термоядерных установок в стендовых условиях.

В области развития термоядерных технологий тема исследований вольфрама и его соединений после плазменных и тепловых испытаний является актуальной [136, 137]. Тем не менее, в лабораторных установках условия реализации экспериментов не в полной мере идентичны процессам реального термоядерного синтеза в токамаках. Это связано с наличием сильного магнитного поля в термоядерных установках, в том числе аномальной передачей энергии и частиц из плазмы на поверхность материала, свойствами анизотропии переноса, вызванной магнитным полем [138, 139].

Процессы взаимодействия плазмы с поверхностью материалов становятся сложными и требуют прогнозирования поведения конструкционных материалов в условиях реальной эксплуатации термоядерных установок. Особенно сложными являются процессы взаимодействия плазмы с облицовкой установок, такими как графитовая облицовка первой стенки. Это приводит к проблеме эрозии углеродсодержащих материалов с последующим осаждением на поверхности других конструкционных материалов, что может привести к формированию карбидных слоев. Из теоретического анализа литературы следует, что ключевыми параметрами изменения морфологии поверхности вольфрама являются энергия падающих ионов, поток ионов и температура поверхности. Примеси, такие как углерод, могут снижать модификацию поверхности, но в то же время могут увеличивать удержание гелия в вольфраме. Дополнительные исследования карбидных слоев и их воздействия на взаимодействие с плазмой могут привести к более глубокому пониманию этих процессов. Особый интерес представляет вопрос влияния карбидного слоя на процессы взаимодействия плазмы с поверхностью вольфрама, который остается малоизученным и требует проведения экспериментальных исследований.

На основании вышеизложенного, основной идеей данной работы изучение влияния высокотемпературной нагрузки и облучения гелиевой плазмы на структуру и свойства вольфрама с приповерхностным карбидным слоем. Эти исследования предполагают близкие к условиям реальной термоядерной установки и имеют практическую значимость для дальнейших исследований на Казахстанском материаловедческом токамаке (КТМ).

Целью данной диссертационной работы является установление основных особенностей изменений структурного состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате высокотемпературного теплового и плазменного воздействий на плазменно-пучковой установке (ППУ).

Для достижения указанной цели решались следующие **задачи**:

1) разработка расчетной модели температурного поля в вольфраме с приповерхностным карбидным слоем при высокотемпературном плазменном облучении,

2) разработка способа высокотемпературного теплового воздействия на вольфрам с карбидным слоем методом электронно-лучевого нагрева,

3) установление закономерностей влияния высокой тепловой нагрузки на структурное состояние и свойства приповерхностного карбидного слоя вольфрама,

4) исследование изменений структурного состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама в результате облучения гелиевой плазмой.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

В данной главе представлены методы, оборудование и материалы, использованные для реализации поставленных задач в диссертационной работе. Представлены план проведения исследований. Эксперименты по реализации тепловой нагрузки и плазменного облучения выполнялись на ППУ в режиме прямого нагрева материалов электронным пучком и режиме плазменного облучения в ППР. В экспериментах применены методы оптической спектрометрии, масс-спектрометрии, контактные и бесконтактные методы контроля температуры, метод зондовой диагностики для определения параметров плазмы. Для анализа накопления газов в образце применен метод термодесорбции. Исследование структурного и фазового состояния образцов проводилось с использованием методов металлографического и микроструктурного анализа, включая оптическую, сканирующую и просвечивающую электронную микроскопию, а также рентгеноструктурный анализ. Определение свойств образцов включала в себя измерение микротвердости, массы и шероховатости поверхности образцов. Экспериментальные работы выполнялись на научно-исследовательской базе филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК (г. Курчатов) и исследование тонкой структуры методом просвечивающей электронной микроскопии на базе научного центра Томского Политехнического университета (г. Томск, РФ).

2.1 Алгоритм реализации экспериментов и исследований

Основные этапы подготовки образцов, проведения экспериментов и исследования образцов вольфрама с приповерхностным карбидным слоем приведены на рисунке 8.

Рисунок 8 – Блок-схема этапов реализации работы

Для решения поставленных задач в работе применен широкий спектр апробированных экспериментальных и аналитических методов исследования в области материаловедения и термоядерных технологий. Планирование и проведение работ основывалось на ранее полученном опыте и компетенций при реализации научно-исследовательских работ и научных проектов. Для обеспечения систематичности, точности и достоверности получаемых результатов выбранная методология обеспечила эффективный сбор данных, необходимую статистику, анализ результатов и выводов.

2.2 Подготовка исследуемых образцов вольфрама

Для исследования был выбран чистый вольфрам без присадок марки ВЧ. Химический состав и характеристики вольфрама приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав и свойства вольфрама марки ВЧ [140, 142]

Марка вольфрама	Характеристики
ВЧ	Вольфрам высокой чистоты. Химический состав: – массовая доля вольфрама не менее 99,92%; – массовая доля примесей (Al, Fe, Ni, Si, Ca, Mo) в сумме не более: 0,08 %. Теплопроводность – 173 Вт/(м·K). Плотность – 19,3 г/см^3. Температура плавления – 3422 °C.

Пробоподготовка образцов вольфрама осуществляется в несколько этапов и включает в себя выполнение следующих задач: резка заготовки электроэрозионным методом, подготовка поверхности образцов путем шлифовки и полировки, измерение геометрических размеров и массы.

Из вольфрамового прутка Ø10 мм были вырезаны идентичные заготовки в форме дисков толщиной (2±0,1) мм. Измерение геометрических размеров (диаметр и толщина) подготовленных образцов выполнялось с помощью электронного штангенциркуля Mitutoyo Digimatic (CD-8” ASX) с дискретностью измерения 0,01 мм.

Определение изменения массы проводилось с помощью аналитических весов Mettler Toledo MS205DU с дискретностью показаний 10 мкг. Средняя масса одного образца (2,5±0,3) г.

Дальнейшее шлифование и полирование облучаемой стороны выполнены с помощью полуавтоматической шлифовально-полировальной станции с применением абразивной бумаги и алмазной суспензии.

Характер изменения внешнего вида поверхности образцов определялся визуальным осмотром по макроснимку поверхности. Снимки поверхности исследуемых образцов получали с применением фотоаппарата Canon EOS 1200D. Внешний вид исходных образцов вольфрама с подготовленной поверхностью представлен на рисунке 9.

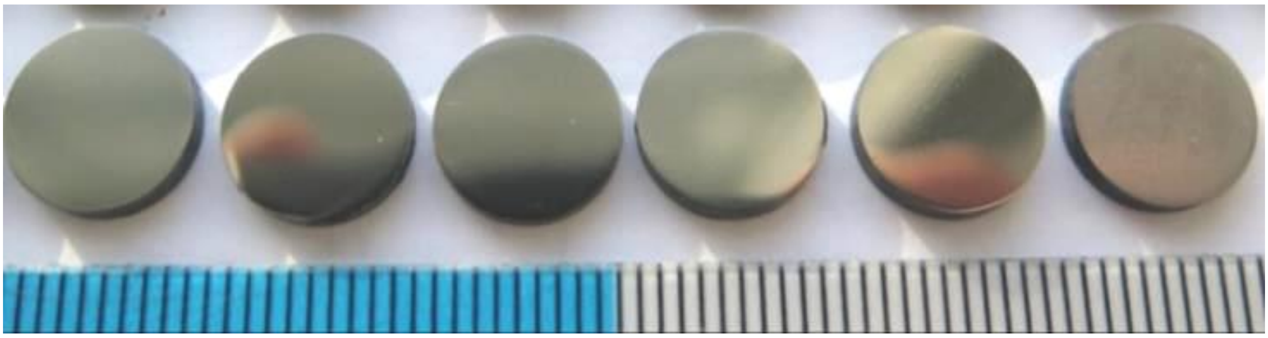
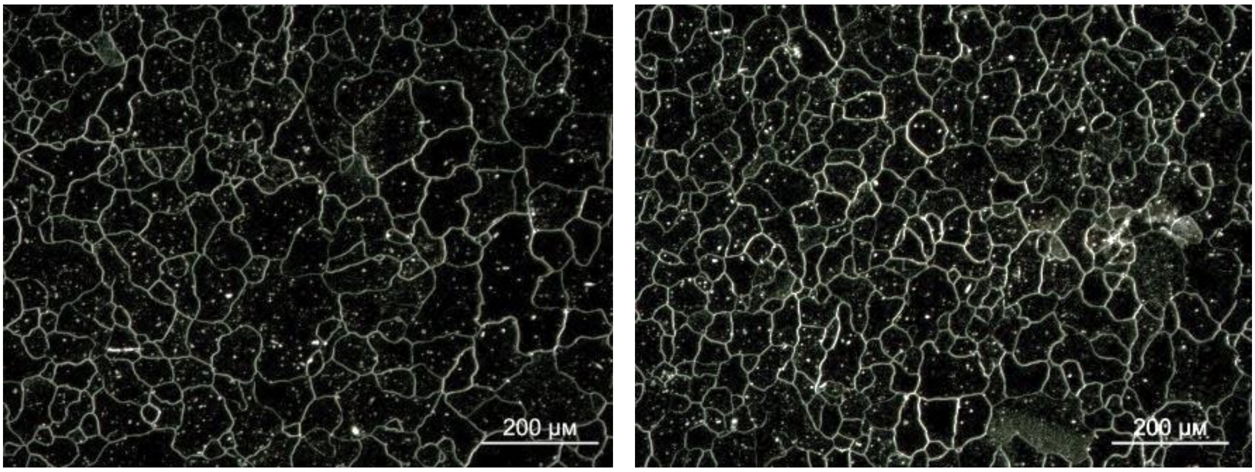


Рисунок 9 – Внешний вид образцов вольфрама после всех этапов пробоподготовки

Щуповым методом проведена оценка изменения шероховатости поверхности образцов после облучения плазмой с помощью профилометра Mitutoyo Surftest SJ-410 с применением чувствительного датчика, оборудованного тонкой, остро заточенной алмазной иглой, так называемой, ощупывающей головкой. Значение шероховатости составила не более Ra = 0,05.

На рисунке 10 представлена микроструктура поверхности исходного вольфрама без карбидного слоя.



а) периферия поверхности б) центральная часть

Рисунок 10 – Темнопольное изображение микроструктуры исследуемых областей вольфрамового образца после рекристаллизационного отжига

Образцы имеют равноосную разнозернистую структуру, состоящую из крупных (свыше 150 мкм), средних (~100 мкм) и мелких (меньше 50 мкм) зерен. На периферии образца (рисунок 8а) наблюдается преимущественное распределение крупных зерен, тогда как мелкие зерна расположены в основном на тройных стыках крупных и в отдельных случаях средних зерен. В центральной части (рисунок 8б) образца количество крупных зерен уменьшается, в основном преобладает количество средних зерен, характер распределения мелких зерен не меняется.

Определение микротвердости проводилось по методу Виккерса на автоматическом твердомере Q10A+ (Qness) при нагрузке на индентор 0,98 Н. при нагрузке на индентор 0,5 кгс, также с центральной и периферийной областей. Измерения проводились по 10 раз с каждой области. На всех исходных образцах микротвердость составила (3530±49) МПа.

2.3 Плазменно-пучковая установка

Для исследования процессов плазмы с поверхностью конструкционных материалов широко применяются плазменно-пучковые установки. В работах [142–149] на линейных плазменных установках PISCES, NAGDIS-II и др. экспериментально исследованы процессы образования пузырьков и флекинг под воздействием гелиевой плазмы. Установлено, что степень пористости и глубина слоя зависят от интенсивности потока ионов гелия и флюенса.

Несмотря на то, что имеющиеся имитационные установки могут воспроизводить только отдельные повреждающие факторы, характерные для термоядерных реакторов, они все же оказались эффективными в проведении экспериментальных исследований потенциальных материалов для термоядерных установок [150, 151].

Общий вид плазменно-пучковой установки показан на рисунке 11.

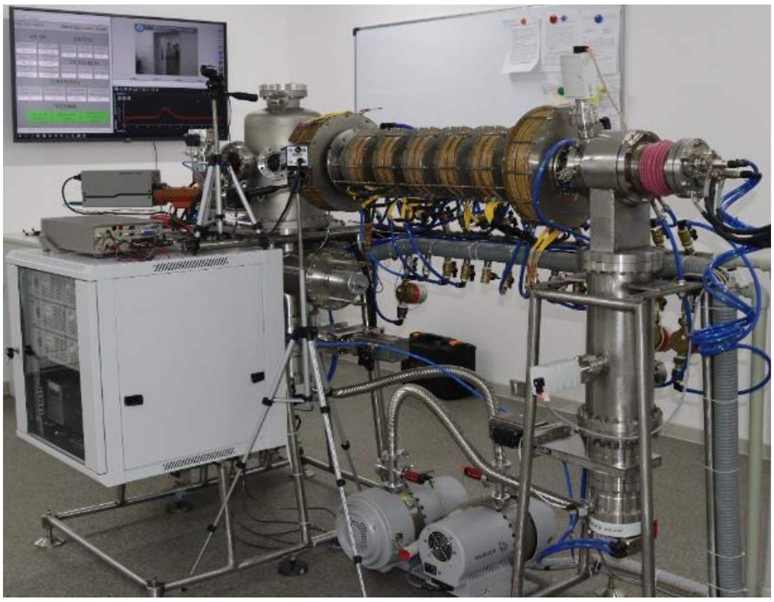


Рисунок 11 – Общий вид плазменно-пучковой установки

ППУ позволяет проводить испытания кандидатных материалов в условиях комплексного воздействия на них плазменного потока и мощной тепловой нагрузки. В современных плазменных ускорителях температура и плотность плазмы близки к параметрам плазмы SOL (scrape-off layer) [152-158]. SOL поглощает большую часть плазменного выброса (частиц и тепла) и переносит его по силовым линиям к пластинам дивертора ТЯР. Следовательно, эта область имеет первостепенное значение в конструкции будущих термоядерных реакторов и проводимые исследования [159-162] подтверждают практическую значимость применения имитационных установок.

Основными элементами ППУ являются ЭЛП, камера ППР, камера откачки ЭЛП, камера взаимодействия, электромагнитные катушки, мишенное устройство, шлюзовое устройство и камера загрузки.

ППУ состоит из вакуумной системы, системы напуска газов в камеру ППР, систем электропитания, охлаждения и подачи газа для управления агрегатами стенда и зажигания ППР.

Контроль температуры на облучаемой поверхности вольфрама осуществляется бесконтактным методом с помощью двухволнового пирометра марки ISR6. С тыльной стороны температура измерялась контактным методом с применением вольфрам-рениевой термопары типа ВР-5/20.

Масс-спектр остаточного газа в камере взаимодействия регистрируется с помощью квадрупольного масс-спектрометра CIS-100. В области воздействия плазмы на вольфрам также был обеспечен бесконтактный мониторинг пучково-плазменного разряда с применением оптического спектрометра HR 2000+ ES и программного обеспечения OceanView. Идентификация спектральных линий гелия производится согласно NIST Atomic Spectra Database [163].

Принцип работы установки состоит в следующем. Электронный пучок взаимодействует с рабочим газом в разрядной камере, образуя плазменный шнур. Электромагнитная система, представляющая собой систему катушек, создает продольное магнитное поле в разрядной камере. Плазменный разряд попадает на образец испытываемого материала, размещенный на мишенном устройстве, расположенном в камере взаимодействия. С помощью электромагнитной системы производится управление геометрическими параметрами плазменного пучка.

В таблице 2 приведены подробные параметры ППУ.

Таблица 2 – Параметры плазменно-пучковой установки

Параметры	Значение
Удельная максимальная мощность электронного пучка, кВт/см^2	≤ 500
Электронная температура, эВ	≤ 15
Напряженность магнитного поля, Тл	0,1
Ток в плазме, А	1
Диаметр электронного пучка, мм	1 – 30
Ток электронного пучка, мА	≤ 250
Давление рабочего газа в режиме ППР, Торр	$< 10^{-3}$
Энергия ионов плазмы, эВ	≤ 2000
Плотность ионного потока, м$^{-2}\cdot$с$^{-1}$	10^{22}
Максимальная плотность плазмы, м$^{-3}$	10^{19}
Рабочий газ для получения карбидов	Метан
Рабочий газ по исследованию взаимодействия с плазмой	Гелий

При проведении плазменного облучения на ППУ информация о ходе проведения экспериментов обрабатывается по результатам информационно-измерительной системы и выдается в виде таблиц физических величин или графической информации и хранится на жестком диске компьютера, входящего в ИИС стенда. Данные таблиц являются исходным материалом для расчетного анализа результатов испытаний. На экран монитора ИИС выводится вольтамперная характеристика (ВАХ), полученная с помощью зонда Ленгмюра. По ВАХ определяются параметры электронного пучка и оценочно параметры ионной составляющей пучка [164].

Для проведения экспериментальных работ в камере взаимодействия размещается образец и в вакуумный объем установки напускается рабочий газ (метан, гелий), затем плавно подается ускоряющее напряжение на катод электронной пушки для формирования плазменно-пучкового разряда. Значение температуры поверхности образца, времени экспозиции, а также потенциал мишени подбираются согласно поставленным целям и задачам экспериментальных работ.

Далее образцы извлекаются из камеры взаимодействия, идентифицируются и проводятся материаловедческие исследования поверхности образцов: измеряется геометрия, масса, микротвердость облучаемой поверхности, определяются элементный и фазовый состав и подготавливается макроснимок облучаемой поверхности.

2.4 Методы исследования структуры вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

2.4.1 Анализ структуры и морфологии образцов вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

Исследование морфологии структурных составляющих и топографии поверхности исходных образцов вольфрама проводилось при помощи оптического микроскопа ICX-41M [165, 166] и сканирующего электронного микроскопа в режиме топографического и композиционного контраста (СЭМ) Tescan Vega3. Изображения на оптическом микроскопе получены в отраженном свете в режиме светлого и темного поля при увеличениях до ×1000. Изображения поверхности на сканирующем электронном микроскопе были получены в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении до 20 кВ. Определение качественного и полуколичественного элементного состава было выполнено с применением энергодисперсионного спектрометра X-Act (Oxford Instruments). Элементный анализ проводился с центральной и периферийной областей размерами 2,77×2,77 мм, откуда отбирались по три прямоугольных участка со стороной 0,5 мм.

Исследования тонкой структуры поперечного сечения образцов вольфрама выполнялись с использованием микроскопа HRTEM JEM-2100F при ускоряющем напряжении 200 кВ (Joel, Japan) с термополевой пушкой Шоттки на базе научного центра Томского Политехнического университета, г. Томск, Российская Федерация.

2.4.2 Количественная и качественная оценка микроструктуры образцов

Работы по количественной и качественной оценке микроструктуры образцов проводились на оптическом микроскопе TIM-5 с применением ПО AXALIT для анализа микроструктуры объектов. ПО AXALIT предназначен для измерения линейных размеров объектов на изображениях, полученных с помощью видеокамер микроскопа. Принцип действия ПО основан на получении изображений структуры поверхности объекта в заданном масштабе при помощи микроскопа, их фиксации цифровой видеокамерой и последующем анализе изображений.

Качественная и количественная оценка структуры и определение линейных размеров зерен проводилось с использованием автоматизированных методик ПО AXALIT. Перед началом работ проводилось вычисление значение в СИ каждого пикселя на изображении с помощью объект-микрометр, длина основной шкалы 1,0 мм, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ±0,001 мм. В таблице 3 представлены метрологические характеристики методики.

Таблица 3 – Метрологические характеристики [167]

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений линейных размеров, мкм	от 0 до 2000
Пределы допускаемой абсолютной основной погрешности измерений линейных размеров ($\Delta_О$), мкм	± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной дополнительной погрешности измерений линейных размеров от изменения температуры окружающей среды в диапазоне рабочих температур ($\Delta_Д$)*, мкм	± 0,5 (* пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров вне диапазона нормальных условий измерений оценивают по формуле $\Delta = \pm (/\Delta_О/ + /\Delta_Д/)$)
Нормальные условия измерений (температура окружающей среды), °С	от +15 до +25

Площадь испытуемой поверхности определялась на стереоскопическом микроскопе Альтами СМ0745-Т в программной среде Altami Studio. Калибровка выполнена с помощью объекта-микрометра.

2.4.3 Анализ фазового состава поверхности вольфрамовых образцов

Рентгеноструктурный анализ выполняется с целью определения фазовых соединений, параметров решетки и количественных данных с использованием рентгеновского дифрактометра Empyrean производства компании Panalytical. Отличительной особенностью данного прибора является детектор, изготовленный по технологии Pixcell, обладающий высокой скоростью счета, широким динамическим диапазоном и линейностью.

Время экспозиции (время на шаг) при съемках составляло 30,6 с, размер шага сканирования для дифрактограмм 0,026º2θ (просмотровые съемки), исследуемый угловой диапазон от 5º2θ до 153º2θ.

Режим работы детектора PIXcel1D – сканирующий линейный детектор (scanning line detector). Излучение: Cu Ka; напряжение и ток: 45 kV, 40 mA. Использовалась фиксированная щель дивергенции с угловым расхождением 1°, антирассеивающая щель 2°, маска падающего пучка с маркировкой 20, обеспечивающая ширину падающего пучка 19,9 мм. Температура воздуха при проведении съемки 20 °C.

Обработка дифрактограмм проводилась посредством программы для обработки и поиска «HighScore». Процедура обработки исходных дифрактограмм, следующая:

1) отделение и удаление линий, соответствующих излучению $K\alpha_2$;
2) определение фона;
3) поиск пиков;
4) поиск соответствия пиков по доступным базам данных без ограничений по известным параметрам;
5) автоматическая идентификация из списка кандидатов с высшими оценками;
6) подгонка расчетного профиля по всему диапазону углов дифрактограммы с шагом ~40°2θ, при ограничении диапазона интенсивностей от 0 % до 10 % максимальной интенсивности. Подгонка профиля приводит к формированию уточненных числовых значений параметров пиков, необходимых для определения фазового состава, анализа структурного состояния (т.н. рассчитанных параметров);
7) пересмотр принятых эталонных карточек и поиск карточек в соответствии с известными данными (о химическом составе, пространственной группе и пр.).

Процедуры (2–5) выполняются с помощью автоматизированной процедуры («batch operation») «IdeAll» ПО «HighScore». Это обеспечивает идентичность процедур поиска пиков и соответствие им эталонных карточек.

Для идентификации фазового состава использовалась база данных Crystallography Open Database (далее – COD [168]) и база данных PDF-2 ICDD Release 2004.

Из проведенных ранее исследований [169], известно, что для чистого вольфрама толщина слоя проникновения составляет от 1,6 мкм (при угле 2θ ~ 40°) до 4,2 мкм (при угле 2θ ~ 135°). При условии содержания в составе образца карбидов вольфрама в диапазоне составов WC – W_2C, дифрактограммы несут информацию о структурном состоянии материала толщиной от 1,5 мкм (при угле 2θ ~ 30°) до 5,5 мкм (при угле 2θ ~ 135°).

2.5 Получение карбидного слоя вольфрама на поверхности образцов

Для проведения экспериментальных исследований предварительно были получены карбиды вольфрама с помощью ранее разработанным нами способом на основе плазменно-пучкового разряда [170]. Получение приповерхностного карбидного слоя вольфрама была выполнена на плазменно-пучковой установке. Данный способ относится к плазменным технологиям получения карбидов на поверхности материала.

Для снижения дефектов структуры исходного вольфрама был выполнен рекристаллизационный отжиг на ППУ в режиме электронно-лучевого воздействия. Параметры накала катода ЭЛП составили: напряжение спирали 5

В; ток электронного накала 300 мА; ток, протекающий в каждой электромагнитной катушке, составил 400 А. Электронный пучок формировался по площади всей поверхности вольфрама с помощью электромагнитной системы развертки. Температура образцов при отжиге составляла (1300±20) °С. Образцы отжигались в течении 3600 с.

Эксперименты по получению карбидного слоя были проведены в соответствии с ранее отработанными методами [171–173]. Фазовый состав приповерхностного слоя вольфрама соответствуют полукарбиду вольфрама W_2C и монокарбида вольфрама WC [174-176].

Проведение эксперимента по получению карбидного слоя вольфрама на ППУ основано на выборе параметров плазменно-пучкового разряда, температуры образца и времени плазменного воздействия. Материал вольфрама в исходном состоянии перед началом испытаний устанавливается в кассете мишенного устройства. Также перед экспериментом оцениваются необходимые параметры электронно-лучевой пушки (ток и напряжение), энергия ионов, которая определяется электрическим потенциалом смещения на мишенном устройстве, рабочий газ плазмы.

Перед проведением эксперимента по получению карбидного слоя вольфрама необходимо провести рекристаллизационный отжиг образца в вакуумной среде при воздействии электронного пучка.

В процессе эксперимента запускается система вакуумной откачки с целью создания высокого вакуума. Проводится проверка готовности средств измерения температуры (пирометр и термопара) образца. Электронный пучок формируется с использованием электронно-лучевой пушки и системы электромагнитных катушек. Далее он транспортируется в камеру взаимодействия на отжигаемый образец, расположенный в мишенном устройстве.

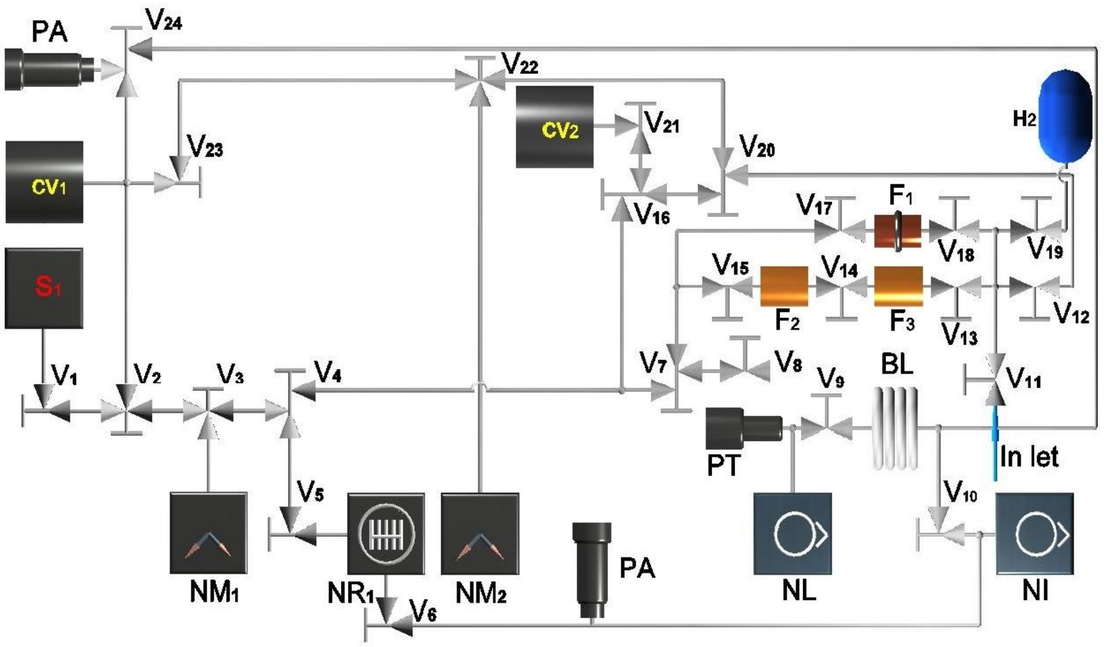
Образование карбидного слоя происходит без изъятия из вакуумного объема образца. В камеру плазменно-пучкового разряда с помощью системы газонапуска подается рабочий газ – метан до давления $\sim 10^{-3}$ Торр. На гальванически развязанное с установкой мишенное устройство, с размещенным на нем облучаемым образцом, подается отрицательный потенциал в диапазоне от минус 50 В до минус 1000 В, которым определяется энергия ионов от 50 эВ до 1000 эВ соответственно.

Затем плавно подается ускоряющее напряжение на катод электронной пушки для формирования плазменно-пучкового разряда, которое зависит от температуры образца в диапазоне от 900 °С до 1700 °С в зависимости от параметров эксперимента. Длительность облучения влияет на вид карбидного слоя (WC, W_2C) и устанавливается в пределах от 5 мин до 60 мин. В процессе облучения контролируется температура образца бесконтактным (пирометрия) и контактным (термопара) способами, давление газа в камере взаимодействия и время экспозиции. В режиме реального времени происходит регистрация параметров плазменно-пучкового разряда: концентрация и электронная температура плазмы с применением зондовой диагностики; состав рабочего газа с использованием масс-спектрометра и оптического спектрометра.

После проведения экспериментов по образованию карбидного слоя электронная пушка отключается, камера взаимодействия откачивается до давления не выше 10^{-6} Торр. Образец остывает до исходной температуры.

2.6 Термодесорбционный анализ образцов вольфрама с карбидным слоем для оценки накопления гелия

Эксперименты по исследованию выделения газов из образцов вольфрама с карбидным слоем были проведены с методом термодесорбции на экспериментальной установке ВИКА. Эта установка обеспечивает проведение экспериментов в широком температурном диапазоне от 20 °C до 1500 °C и регистрацию выделяющихся газов методом масс-спектрометрии. На рисунке 12 представлена основная схема работы экспериментальной установки ВИКА.



PT, PA – датчики давления; NM1 – магниторазрядный насос НОРД – 100;
NM2 – магниторазрядный насос НОРД-250; NR1 – турбомолекулярный насос EXT 75DX;
NL – насос НВР 5 ДМ; BL – азотная ловушка; Ni – спиральный насос nDXSi10;
S1 − квадрупольный анализатор остаточных газов (RGA-100); CV1 – рабочая камера для ТДС экспериментов; CV2 – рабочая камера для насыщения образцов из газовой фазы;
V1,24 – вакуумные вентили; F1 – паладий-серебрянный фильтр; F2, F3 – блок очистки инертных газов

Рисунок 12 – Принципиальная схема установки ВИКА [177]

Процедура проведения экспериментов включает следующие этапы: первоначально образец, подлежащий исследованию, помещается в тигель внутри рабочей камеры экспериментальной установки. После этого производится дегазация стенок рабочей камеры в течение 4 часов при температуре от 200 °C до 220 °C при непрерывном откачивании воздуха с использованием вакуумного магниторазрядного насоса НОРД-250 и турбомолекулярного насоса EXT 75DX, с последующим охлаждением стенок рабочей камеры до комнатной температуры. Этап эксперимента, включающий линейное нагревание образца до температуры 1400 °С, осуществляется при постоянном откачивании высвобождающихся газов из рабочей камеры турбомолекулярным насосом EXT 75DX и одновременной фиксацией парциального давления внутри камеры. Для регистрации изменений парциальных давлений исследуемых газов используется квадрупольный масс-спектрометр RGA-100.

2.7 Выводы по второй главе

Выбор методов исследования и испытаний представляет собой комплексный анализ воздействия плазменного облучения на вольфрам с карбидным слоем. Моделирование и эксперименты, включая плазменное облучение, оптическую спектрометрию, масс-спектрометрию, контроль температуры и анализ структурного состояния, проводились с использованием различных приборов и программного обеспечения. Полученные результаты позволяют провести качественную оценку свойств и структурного состояния объекта исследования и его поверхности под воздействием высокотемпературного воздействия плазмы.

3 РАСЧЕТНАЯ МОДЕЛЬ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ В ВОЛЬФРАМЕ С ПРИПОВЕРХНОСТНЫМ КАРБИДНЫМ СЛОЕМ И РАЗРАБОТКА СПОСОБА ВЫСОКОЙ ТЕПЛОВОЙ НАГРУЗКИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

В данной главе представлены результаты расчета и построения модели температурного поля в вольфрамовом моноблоке дивертора ТЯР с карбидным приповерхностным слоем. Приведена методика проведения экспериментов по тепловому воздействию на вольфрам с карбидным слоем методом мощного электронно-лучевого нагрева на плазменно-пучковой установке. На основе полученных экспериментальных данных подготовлен и получен патент [178]. Результаты исследования, приведенные в данной главе, опубликованы в работах [179–183].

3.1 Расчет распределения температурного поля в вольфраме с приповерхностным карбидным слоем в условиях высокотемпературного воздействия

Для проведения исследований воздействия тепловой нагрузки на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем была построена расчетная модель распределения температуры в моноблоке дивертора термоядерного реактора с учетом карбидного слоя. В расчетной модели был использован моноблок дивертора термоядерного реактора. Геометрически моноблок представляет собой прямоугольник с вырезом под тракт охлаждения. На рисунке 13 представлена конструкция моноблока и указаны зоны расположения имитационных образцов. Геометрия и размеры образцов для дальнейших экспериментов обусловлены требованиями к проведению испытаний на плазменно-пучковой установке. Для оценки распределения температуры при тепловой нагрузке определены контрольные точки.

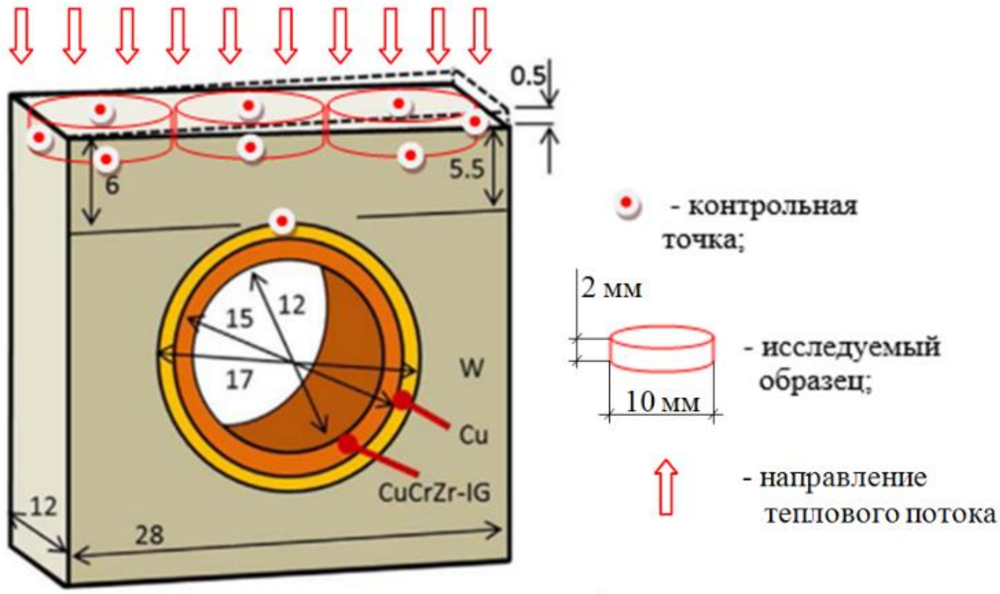


Рисунок 13 – Модель моноблока дивертора термоядерного реактора

Температурное поле модели моноблока дивертора термоядерного реактора определяется с помощью программного комплекса ANSYS. Модель, построенная для расчета, приведена на рисунке 14. На этом же рисунке отмечены контрольные точки, в которых определяются значения температуры.

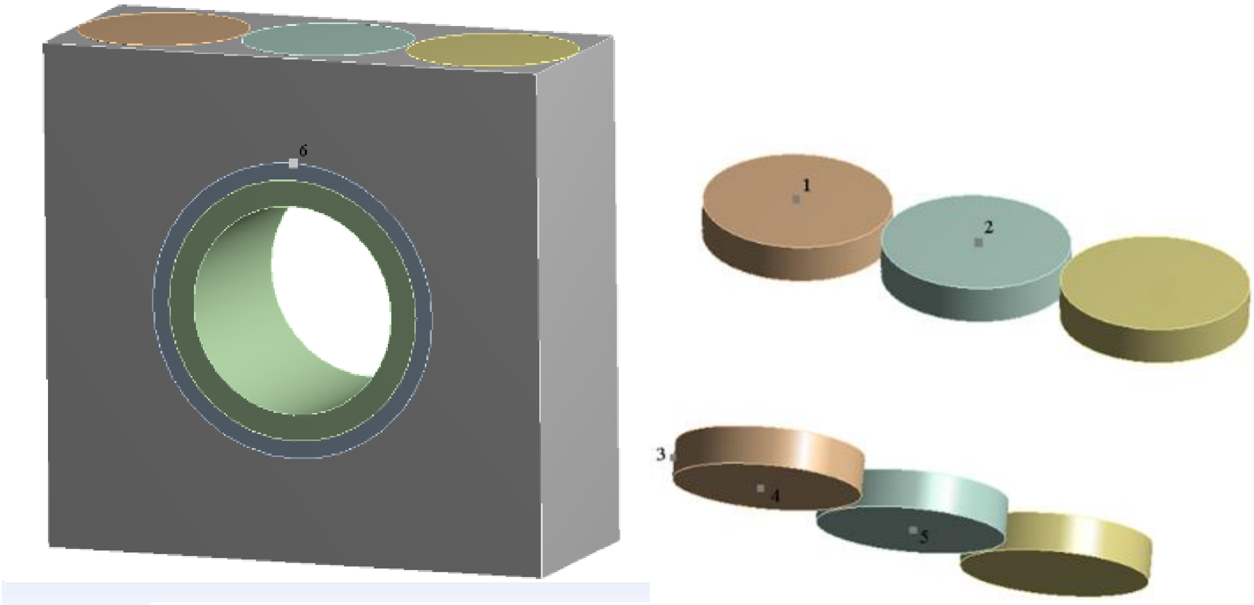


Рисунок 14 – Физическая модель и контрольные точки температур

Расчетная модель моноблока дивертора выполнена с учетом равномерной тепловой нагрузки на обращенную к плазме сторону вольфрамовой поверхности 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2. В качестве теплоносителя используется дистиллированная вода. Температура воды на входе в тракт охлаждения (70±5) °С. Расход воды 2,016 кг/с.

Распределение температуры в модели зависит от плотности теплового потока, теплопроводности материалов, а также конвективного теплообмена с теплоносителем.

На верхнюю поверхность модели задается тепловой поток соответствующей мощности. При проведении расчета конвективный теплообмен задан с помощью коэффициента теплоотдачи на поверхность тракта охлаждения, значение температуры воды принято равным 70 °С.

Коэффициент теплоотдачи от тракта охлаждения в воду определяется по формуле:

$$\alpha = \frac{Nu \cdot \lambda}{d} = \frac{1{,}193 \cdot 10^3 \cdot 0{,}662}{0{,}012} = 6{,}5813 \cdot 10^4 \text{ Вт/(м}^2\cdot{}^\circ\text{С)}, \quad (2)$$

где Nu – число Нуссельта для воды (расчетная формула приведена ниже), λ – коэффициент теплопроводности для воды при температуре 70 °С, λ = 0,662 Вт/(м·°С), d – диаметр тракта охлаждения, d = 0,012 м.

Для определения числа Нуссельта необходимо вычислить число Рейнольдса:

$$Re = \frac{G \cdot d}{S \cdot \mu} = \frac{2,016 \cdot 0,012}{1,131 \cdot 10^{-4} \cdot 406,1 \cdot 10^{-6}} = 5,268 \cdot 10^{5}, \qquad (3)$$

где G – расход воды, G =2,016 кг/с, μ – коэффициент динамической вязкости воды при температуре 70 °С, μ = 406,1·10^{-6} Па·с, S – площадь поперечного сечения тракта охлаждения, м^2.

Площадь поперечного сечения тракта охлаждения составляет:

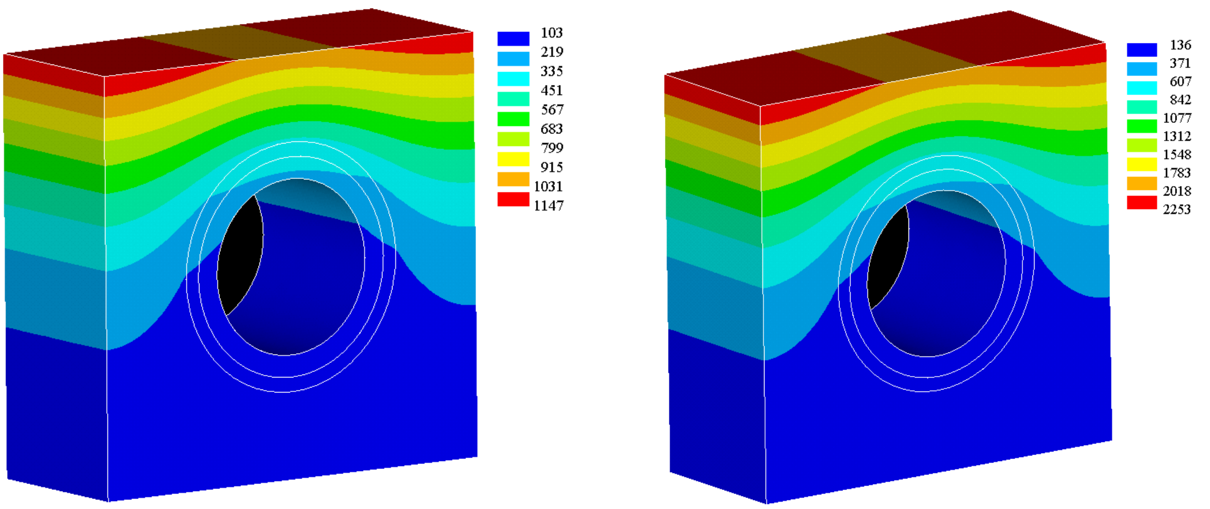
$$S = 0,25 \cdot \pi \cdot d^{2} = 0,25 \cdot 3,14 \cdot 0,012^{2} = 1,131 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2. \qquad (4)$$

При значениях числа Рейнольдса больше 1·10^4 устанавливается развитый турбулентный режим течения. При данном режиме течения число Рейнольдса вычисляется по формуле:

$$Nu = 0,021 \cdot Re^{0,8} \cdot Pr^{0,43} = 1,193 \cdot 10^{3} \qquad (5)$$

где Pr – число Прандтля для воды при температуре 70 °С, Pr =2,58.

Стационарное температурное поле расчетной модели при постоянном охлаждении и плотности тепловой нагрузки 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2 было получено сначала для вольфрамового моноблока с карбидным слоем. На рисунке 15 представлены результаты расчета (температура приведена в градусах Цельсия).



а) тепловой поток 10 МВт/м^2 б) тепловой поток 20 МВт/м^2

Рисунок 15 – Расчетное температурное поле модели

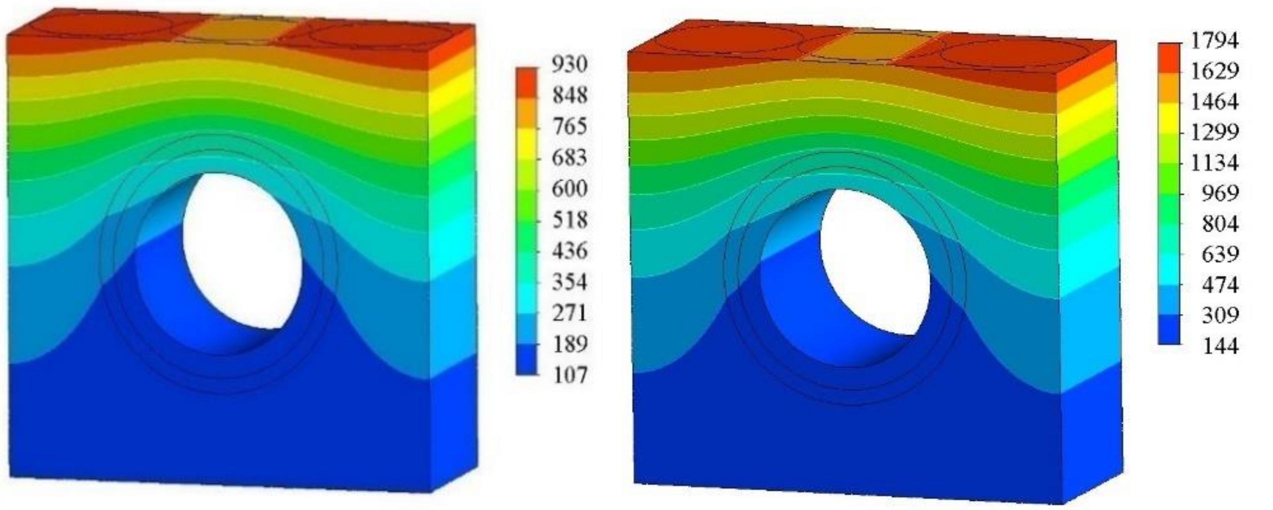
В таблице 4 приведены полученные значения расчетной модели по контрольным точкам для двух режимов тепловой нагрузки.

Таблица 4 – Температура в контрольных точках расчетной модели

Контрольная точка	1	2	3	4	5	6
T, °C (q=10 МВт/м^2)	1115	1003	1086	949	827	423
T, °C (q=20 МВт/м^2)	2189	1965	2131	1857	1612	788

Для оценки влияния приповерхностного карбидного слоя на распределение температуры в вольфрамовом моноблоке и получения значении температур в контрольных точках была построен расчетная модель с учетом полукарбида W_2C и монокарбида вольфрама WC.

Для проведения расчетов построены две модели моноблока. Первая модель моноблока вольфрама с лицевой стороны в виде слоя полукарбида вольфрама W_2C с теплопроводностью 29,33 Вт/м·K с толщиной 5 мкм и вторая модель поверхности вольфрама, состоящая из двух видов карбида: полукарбида W_2C и карбида вольфрама WC (рисунок 16). Теплопроводность карбида вольфрама для расчетов составляет 197 Вт/м·K, вольфрама 162,8 Вт/м·K. При этом условия и параметры тепловой нагрузки идентичны с расчетной моделью без карбидного слоя.



а) тепловой поток 10 МВт/м^2 б) тепловой поток 20 МВт/м^2

Рисунок 16 – Расчетное температурное поле модели

В таблице 5 приведена расчетная стационарная температура модели в контрольных точках при плотности теплового потока 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2 на верхнюю поверхность модели с карбидным слоем (полукарбид W_2C и монокарбид вольфрама WC) и исходного вольфрама при непрерывном охлаждении теплоносителем.

Таблица 5 – Температура в контрольных точках моделей

Контрольная точка	1	2	3	4	5	6
T, °C (q=10 МВт/м^2, слой – W_2C)	907,41	835,37	866,82	786,87	707,70	414,71
T, °C (q=10 МВт/м^2, два слоя – W_2C, WC)	903,96	833,25	862,82	783,56	706,07	413,94
T, °C (q=20 МВт/м^2, слой – W_2C)	1748,81	1606,63	1667,35	1507,84	1351,42	766,85
T, °C (q=20 МВт/м^2, два слоя – W_2C, WC)	1748,18	1606,41	1666,40	1507,11	1351,18	766,71

В результате расчетная модель температурного поля позволила установить влияние приповерхностного карбидного слоя вольфрама на характер распределения температуры в вольфрамовом моноблоке. Сравнительный анализ показал, что при наличии карбидного слоя значения температуры в контрольных точках заметно ниже.

Таким образом, по итогам проведенного анализа для проведения дальнейших экспериментальных работ по испытанию вольфрама с приповерхностным карбидным слоем выбраны два режима испытаний образцов на плазменно-пучковой установке. Первый режим соответствует тепловой нагрузке 10 МВт/м^2 с температурой воздействия на образец 905 °C, во втором режиме для тепловой нагрузки 20 МВт/м^2 выбранная температура 1750 °C.

3.2 Способ высокотемпературного теплового воздействия на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем методом мощного электронно-лучевого нагрева на плазменно-пучковой установке

Для реализации установленных температурных режимов (905 °C, 1750 °C) необходимо обеспечить длительное высокотемпературное тепловое воздействие на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем в условиях высокого вакуума.

Суть рассматриваемого вида высокотемпературного воздействия заключается в нагреве образца в среде вакуума или газа методом электронно-лучевого воздействия до определенной температуры, выдержке в течение установленного времени при этой температуре и последующем контролируемом охлаждении до комнатной температуры. В связи с этим на базе плазменно-пучковой установки был разработан способ высокотемпературного отжига металлов и сплавов методом электронно-лучевого воздействия в вакуумной и газовой среде и получен соответствующий патент на изобретение [170, стр. 1].

Задача, решаемая изобретением, состоит в разработке и внедрении способа высокотемпературного нагрева тугоплавкого материала длительное время. Для этого необходимо обеспечить стабильную высокую температуру с точностью ± 10 °C в течение длительного воздействия более 3600 с, при этом сохранить режим высокого вакуума.

Для решения задачи по реализации высокотемпературного теплового воздействия на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем предложен способ реализации на базе плазменно-пучковой установки (ППУ). На рисунке 17 представлена принципиальная схема ППУ.

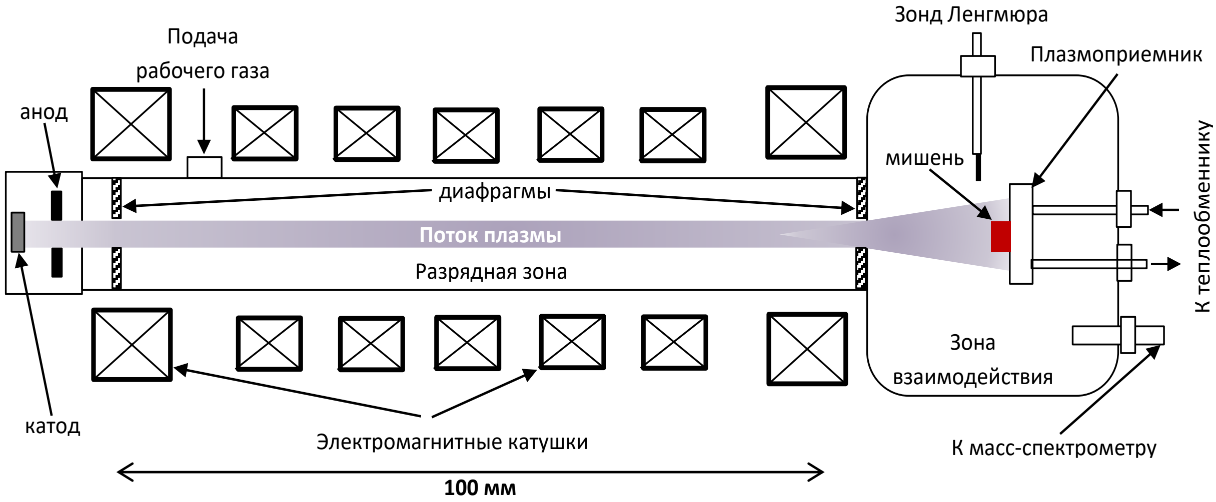


Рисунок 17 – Принципиальная схема ППУ для реализации высокотемпературного испытания

Мишенное устройство обеспечивает эффективное расположение материала в рабочей камере установки и возможность контроля температуры образца путем прямого охлаждения с тыльной стороны. Конструкция мишенного узла позволяет заменять образец в течение 15 минут, что важно при проведении большого количества экспериментов. Площадь испытуемого материала может быть до 5 см^2.

Шлюзовое устройство используется для расположения калибровочной пластины с целью корректировки положения электронного пучка и настройки параметров пирометра. Гермоввод позволяет измерять температуру нагреваемого материала с тыльной стороны с применением термопар типа ВР10 в диапазоне от 20 °С до 2500 °С. При этом, смотровое окно позволяет обеспечивать бесконтактное измерение и регистрацию температуры поверхности отжигаемого образца с применением двухцветных пирометров в диапазоне от 300 °С до 2500 °С.

Электронная пушка состоит из прогреваемого термоэмиссионного вольфрамового цилиндрического катода и полого анода. Все узлы пушки имеют водяное охлаждение, что обеспечивает ее работоспособность в режиме электронного пучка в стационарном режиме без остановки десятки часов. Конструкция и характеристики данного узла позволяют обеспечивать скорость нагрева от 10 °С/с до 500 °С/с.

Система вакуумной откачки включает в себя форвакуумные и турбомолекулярные насосы, которые обеспечивают минимальное давление остаточных газов в камерах установки $1 \cdot 10^{-7}$ Торр, что является высокотехнологичным условием высокотемпературного воздействия на материал. Система газонапуска установки позволяет подавать в вакуумный объем любой газ или смесь газов, а также поддерживать давление газа с высокой точностью на время экспозиции высокотемпературного отжига.

Дистанционный контроль температуры обеспечивается пирометром, который производит измерение под постоянным углом, через смотровое окно с известной пропускной способностью. Конструкция смотрового окна оснащена защитной поворотной шторкой от возможного напыления эродированными частицами для исключения изменения пропускной способности и обеспечения высокой точности измерения. Коэффициенты излучательной способности материала вводятся в программное обеспечение пирометров с учетом справочных данных. В разработке применены пирометры IMPAC, которые предназначены для использования в промышленности в тяжелых условиях эксплуатации. Температурный диапазон пирометров IMPAC от минус 50 °C до 4000 °C.

Коэффициент излучения вольфрама с приповерхностным карбидным слоем является наиболее важным значением при определении его температуры с помощью пирометра. Если необходимо измерить истинную температуру поверхности объекта с помощью пирометра надо знать коэффициент излучения объекта и ввести его значение в пирометрическую измерительную систему. В принципе коэффициент излучения материала зависит от длины волны, температуры и т.д.

Время обратной связи пирометра составляет интервал времени между моментом резкого изменения значения измерения температуры и моментом, из которого измеренное значение пирометра остается в заданных пределах.

Материал измеряемого объекта требует правильного выбора оптимального спектрального диапазона пирометра для использования определенной цели. Поэтому правильный спектральный диапазон является одной из наиболее важных особенностей.

Для эффективного контроля температурных режимов реализовано контактное измерение температуры с помощью термопары типа ВР10 через гермоввод к тыльной стороне образца. Технологический спай плотно контактирует с материалом посредством специального устройства, которое обеспечивает постоянное прижимное давление.

В результате модернизации и разработки новых узлов ППУ обеспечена возможность проведения высокотемпературного отжига тугоплавких материалов с использованием электронного пучка в вакуумной и газовой среде до 2500 °C с длительностью в несколько десятков часов. Скорость нагрева может варьироваться от 10 °C/с до 500 °C/с. Регистрация зависимости температуры исследуемого образца от времени происходит в реальном времени с постоянным сохранением данных. Регистрация температуры с помощью дублирующих пирометров и дополнительных термопар гарантирует высокую точность измерений, чистоту и повторяемость экспериментов.

На рисунке 18 представлена принципиальная схема вышеизложенного процесса высокотемпературного нагрева в контролируемой среде.

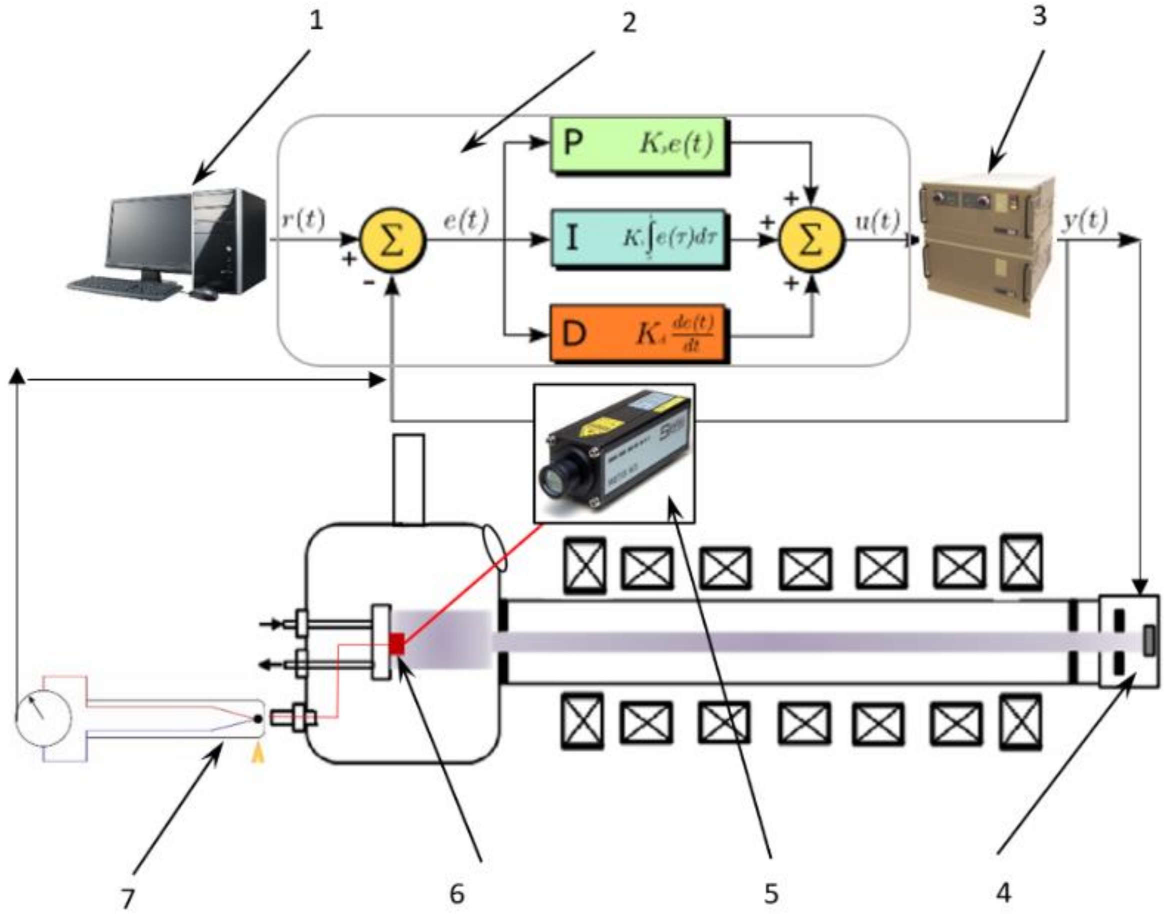


Рисунок 18 – Принципиальная схема процесса нагрева в контролируемой среде

Весь процесс контролируется с помощью информационно-измерительной системы ППУ (ИИС), которая предназначена для получения текущей измерительной информации в процессе подготовки и проведения экспериментов. ИИС выполнен на базе устройств серии ADAM-5000E программно-технического комплекса. ИИС представляет собой комплекс программных и аппаратных средств, предназначенных для ввода сигналов первичных преобразователей (датчиков), регистрации и представления данных в виде аналогового сигнала (мВ, В, мА) измеряемых физических величин (°С; Па), а также ввода управляющих сигналов на клапана и задвижки вакуумной систмы установки.

ИИС обеспечивает:

1) сбор и регистрацию текущей измерительной информации с частотой до 10 Гц в режиме реального времени;

2) отображение полученной информации на экране монитора;

3) регистрацию измерительной информации в виде файла-регистрации на накопитель персонального компьютера.

Таким образом, разработанное и запатентованное изобретение решает основную задачу текущей работы по осуществлению высокотемпературного теплового воздействия и плазменного облучения на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем в диапазоне необходимых температур и длительности испытания с высокой точностью и повторяемостью реализации экспериментов.

3.3. Выводы по третьей главе

На основе полученных результатов, представленных в третьей главе, сделаны следующие выводы.

Построена расчетная модель температурного поля в вольфраме с приповерхностным карбидным слоем в условиях работы в качестве плазмообращенной облицовки моноблока дивертора. На основе расчетов распределения температуры установлено, что тепловая нагрузка при 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2 на вольфрам с приповерхностным карбидным слоем приводит к нагреву поверхности до 905 °C и 1750 °C соответственно.

По итогам анализа полученных расчетных данных установлено, что приповерхностный карбидный слой влияет на распределение температурного поля в вольфраме, которая выражается в снижении температуры нагрева плазмообращенной поверхности материала.

Для реализации выбранных температурных режимов (905 °C и 1750 °C) по испытанию вольфрама с приповерхностным карбидным слоем разработан и запатентован способ высокотемпературного теплового воздействия на основе метода электронно-лучевого воздействия. Подходы, описанные в ранее известных работах, имеют свои ограничения, такие как ограниченный диапазон температур и скорости нагрева, недостаточный контроль процесса эксперимента и влияния нежелательных факторов, таких как пары масла вакуумной системы. Разработанный способ позволил преодолеть технические и методические ограничения, связанные с температурой, скоростью нагрева и контролем процесса.

Применение для реализации разработанного способа на плазменно-пучковой установке и апробированных методов контроля температуры позволило достичь более высоких температур испытания и высокоточного контроля над процессом, что важно для достижения ожидаемых результатов работы. Таким образом, разработанное изобретение расширил технологические возможности ППУ и позволил проведение длительного нагрева материала в условиях высокого вакуума и газовой среды, в диапазоне температур от 20 °C до 2500 °C и скорости нагрева от 10 °C/c до 500 °C/c в течении нескольких десятков часов.

4 ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОЙ ТЕПЛОВОЙ НАГРУЗКИ НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА ПРИПОВЕРХНОСТНОГО КАРБИДНОГО СЛОЯ ВОЛЬФРАМА

В этой главе представлены результаты исследований воздействия высокой тепловой нагрузки на структурное состояние и свойства приповерхностного карбидного слоя вольфрама. Описаны основные этапы экспериментов и результаты исследования. Эксперименты были проведены на плазменно-пучковой установке в соответствии с параметрами, описанными в главах 2 и 3.

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [179 стр.60-65, 184-186].

4.1 Эксперименты по воздействию тепловой нагрузки на образцы вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

На рисунке 19 представлен внешний вид и маркировка образцов, подготовленных в соответствии с методами, описанными в главе 2.

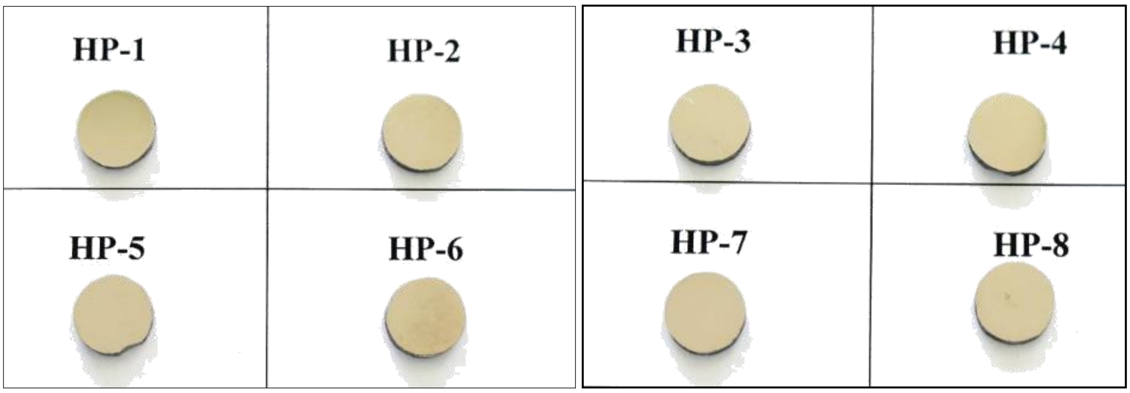


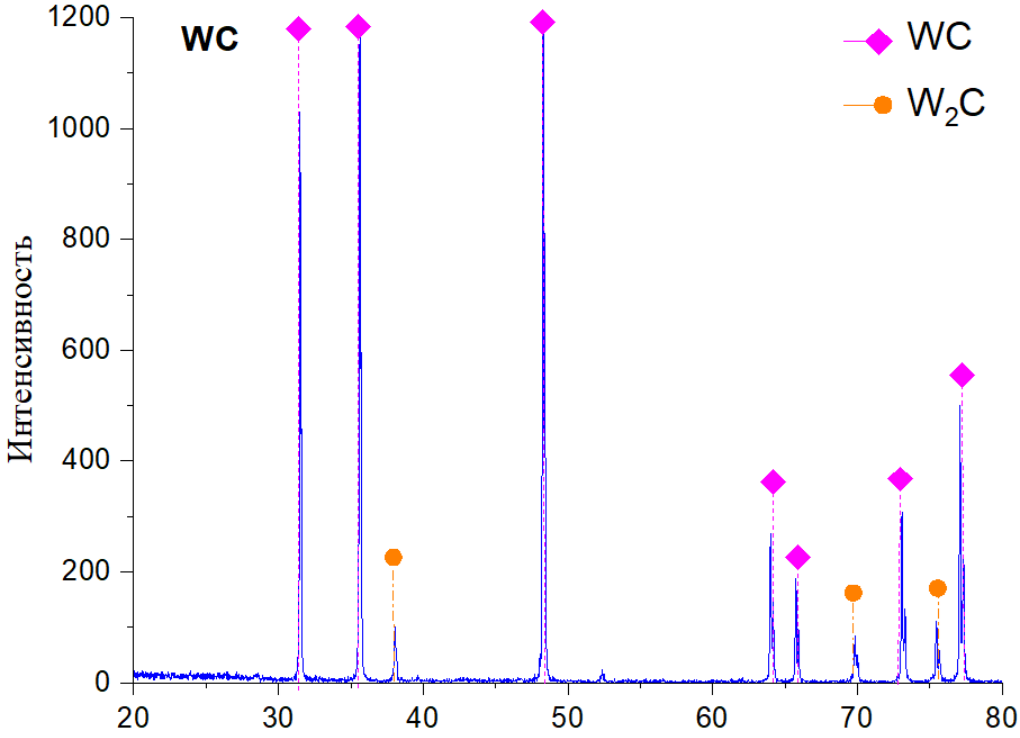
Рисунок 19 – Внешний вид подготовленных и маркированных образцов вольфрама

Результаты измерения массы приведены в таблице 6. Средняя погрешность измерения массы для каждого образца составила $2 \cdot 10^{-5}$ г.

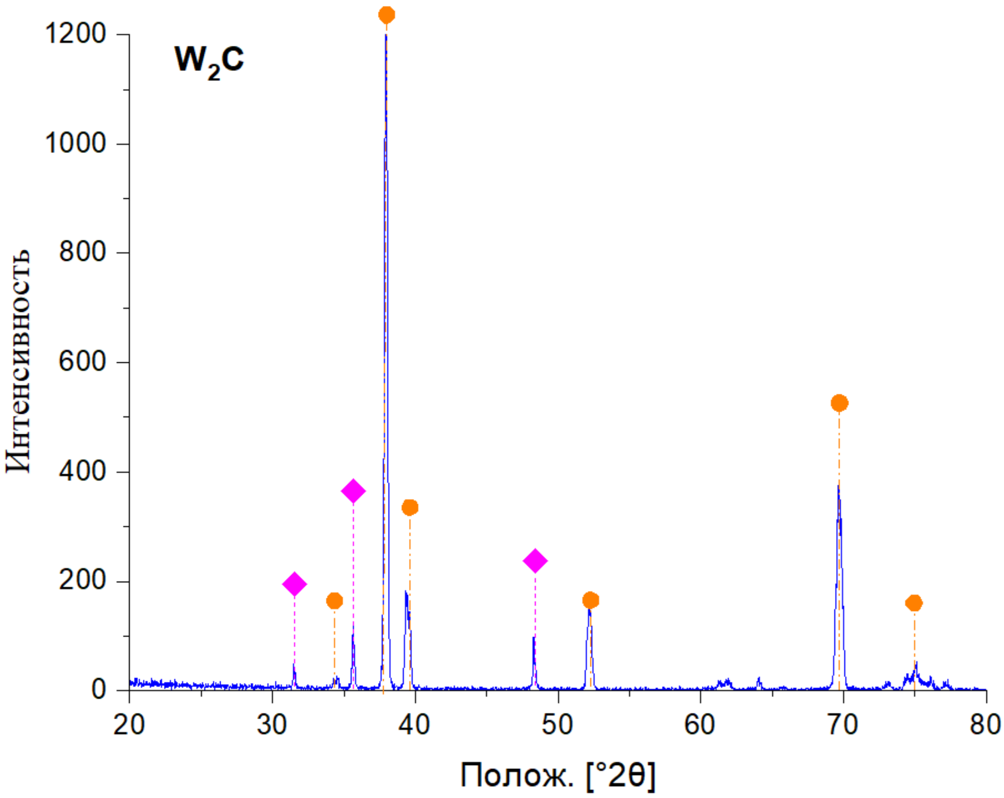
Таблица 6 – Среднеарифметическая масса вольфрамовых образцов

Образец	HP-1	HP-2	HP-3	HP-4	HP-5	HP-6	HP-7	HP-8
Масса образца после рекристаллизационного отжига (Ср. знач. по 10 измерениям), г	2,54166	2,39762	2,28905	2,66071	2,79658	2,81424	2,46672	2,51917

Для проведения экспериментов по тепловой нагрузке были получены приповерхностный карбидный слой на образцах, в соответствии со способом, описанным в главе 2. На рисунке 20 представлены дифрактограммы от образцов после карбидизации. Анализ дифрактометрических карточек показал хорошее соответствие карточкам, принадлежащим фазам полукарбида и монокарбида вольфрама, а также металлического вольфрама.



а) с карбидным слоем на основе WC



б) с карбидным слоем на основе W_2C

Рисунок 20 – Дифрактограммы характерного фазового состава поверхности двух видов вольфрамовых образцов

Переходные металлы с ОЦК структурой образуют карбиды с кубической или гексагональной металлической подрешеткой. Изменение кристаллической структуры металлов при образовании карбидов свидетельствует о сильных взаимодействиях металл-углерод, тогда как прямые взаимодействия между атомами углерода пренебрежимо малы.

Выделяют фазы полукарбида W_2C и монокарбида WC вольфрама. Кроме того, в области составов между W_2C и WC существует кубическая фаза γ-WC_{1-x}, по современным представлениям ее относят к кристаллическим модификациям монокарбида вольфрама.

Полукарбид вольфрама W_2C имеет кристаллическую решетку гексагональной сингонии, пространственная группа P-31m параметры решетки a = 5,1809 Å, c = 4,7216 Å. Различием типа пространственной группы объясняется разницей в параметрах решетки. Монокарбид вольфрама WC также гексагональной сингонии, пространственная группа P-6m2. Параметры решетки a = 2,9063 Å, c = 2,8375 Å.

В соответствии с фазовым составом приповерхностного слоя образцы вольфрама были разделены на две группы. К первой группе относится полукарбид вольфрама W_2C, в которую входят образцы HP-4, HP-6, HP-8. Вторая группа образцов на основе монокарбида вольфрама WC, к которой относятся образцы HP-3, HP-5, HP-7. Также в каждой группе были 2 образца вольфрама без карбидного слоя (HP-1, HP-2).

В рамках подготовки плазменно-пучковой установки к экспериментам по воздействию тепловой нагрузки на поверхность вольфрамовых образцов с приповерхностным карбидным слоем изготовлены термопары типа ВР5/20 открытого типа, соответствующие требованиям эксплуатации в высоком вакууме. Выполнен монтаж термопар и проведена проверка на герметичность. Для проведения экспериментов по тепловой нагрузке запускались ЭЛП и электромагнитная система ППУ. Параметры накала катода ЭЛП составили: напряжение спирали 5 В; ток электронного накала 300 мА; ток, протекающий в каждой электромагнитной катушке, составил 400 А.

В соответствии с результатами проведенных расчетов (глава 3) вольфрамовые образцы были испытаны в двух температурных режимах. Параметры проведения экспериментов приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Параметры проведения эксперимента

Образец	Мощность электронного пучка, Вт	Температура поверхности образца, °C	Температура тыльной стороны образца, °C	Длительность облучения, с
HP-1	129	905±10	745±10	3600
HP-2	513	1750±10	1650±10	
HP-4	120	905±10	689±10	
HP-5	54	905±10	655±10	
HP-7	515	1750±10	1658±10	
HP-8	539	1750±10	1658±10	

Электронный пучок распределялся по всей площади поверхности вольфрама с помощью электромагнитной системы развертки. На рисунке 21 показан контроль температуры образца во время эксперимента, длительность которого составила 3600 с.

Рисунок 21 – Контроль температуры образца пирометром с лицевой стороны и термопарой с тыльной стороны

В результате проведенных работ на плазменно-пучковой установке реализованы эксперименты по воздействию тепловых нагрузок на поверхность образцов вольфрама с приповерхностным карбидным слоем и исходной поверхностью.

4.2 Исследование свойств вольфрама с приповерхностным карбидным слоем в результате тепловой нагрузки

Для определения изменения элементного состава, степени эрозии поверхности, микротвердости и шероховатости образцов вольфрама были проведены исследования свойств поверхности образцов вольфрама.

На рисунке 20 представлена диаграмма изменения микротвердости образцов до и после тепловой нагрузки. Микротвердость образца HP-1 без карбидного слоя после тепловой нагрузки q=10 МВт/м^2 не изменилась. Увеличение мощности тепловой нагрузки привело к незначительному снижению микротвердости образца HP-2. Вольфрам с приповерхностным карбидным слоем имеет значительно высокую микротвердость поверхности. При этом, микротвердость образца с монокарбидом вольфрама выше более чем в 2 раза микротвердости образца с полукарбидом вольфрама.

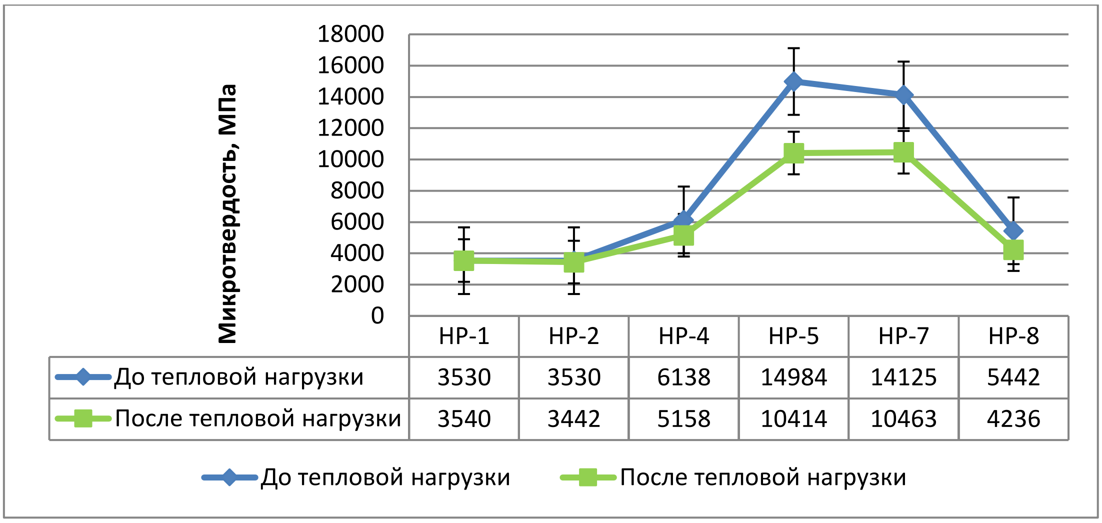


Рисунок 22 – Диаграмма изменения микротвердости образцов до и после тепловой нагрузки

После воздействия тепловой нагрузки образцы HP-4 и HP-8 с полукарбидным слоем претерпевают снижение микротвердости до 20 %. У образцов HP-5 и HP-7 с монокарбидным слоем, независимо от мощности тепловой нагрузки, микротвердость уменьшается на 30–40 %. Это обусловлено, наличием приповерхностного хрупкого слоя с низкой адгезией, которая легко разрушается при внедрении алмазного индентора нагрузкой 0,1 кгс. Толщина данного слоя варьируется в диапазоне 2-3 мкм.

По расчетам удельной потери массы для всех образцов вольфрама определена степень эрозии после тепловой нагрузки. Эрозия образцов с приповерхностным карбидным слоем значительно меньше по сравнению с образцами без карбидного слоя (рисунок 23). Отмечено, что температура тепловой нагрузки существенно влияет на эрозию поверхности с карбидным слоем.

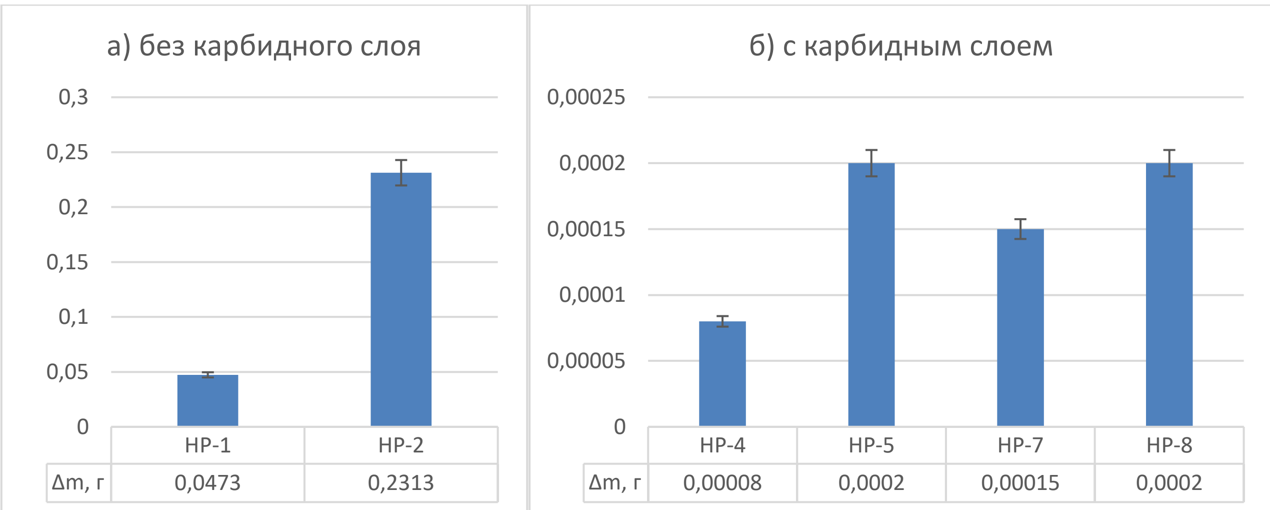


Рисунок 23 – Данные изменения массы образцов с карбидным и без карбидного слоя до и после тепловой нагрузки

Тепловая нагрузка q=10 МВт/м^2 (905 °C) не приводит к изменению шероховатости образцов вне зависимости от наличия и вида карбидного слоя. Увеличение тепловой нагрузки до q=20 МВт/м^2 (1750 °C) приводит к огрублению поверхности в случае полукарбидного слоя, а в монокарбидном слое, наоборот, к сглаживанию (рисунок 24).

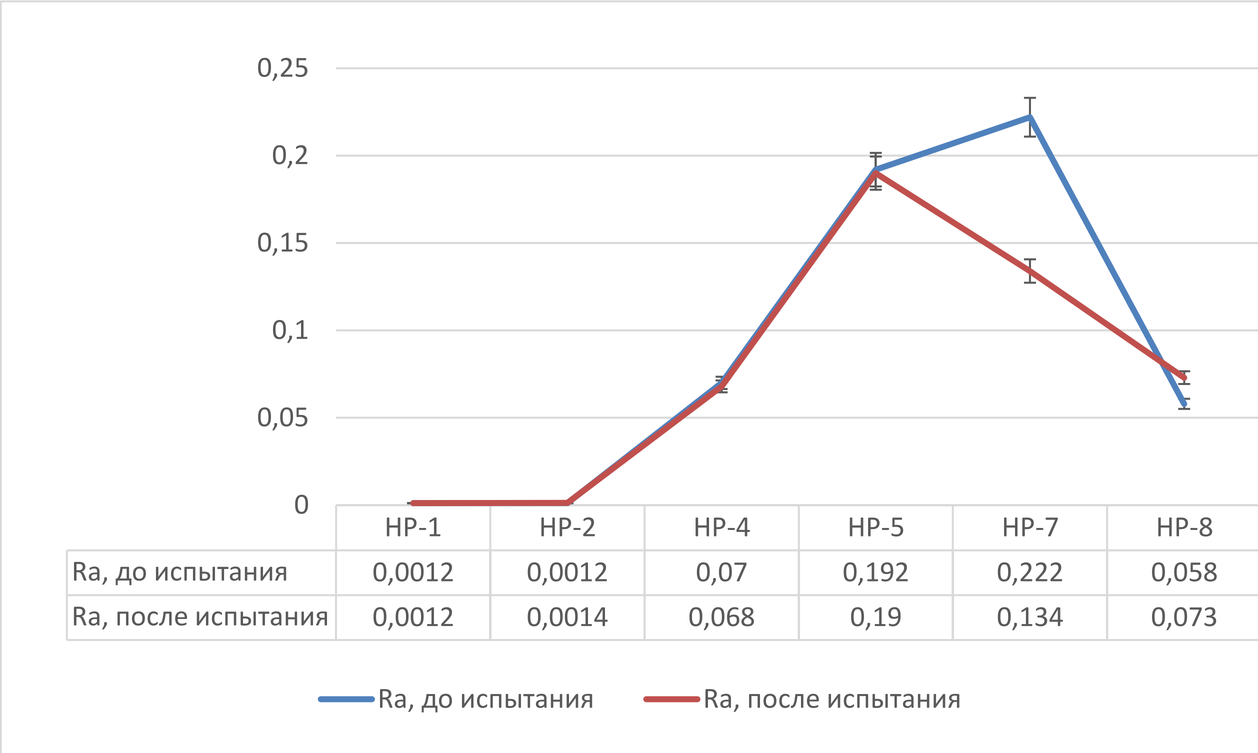
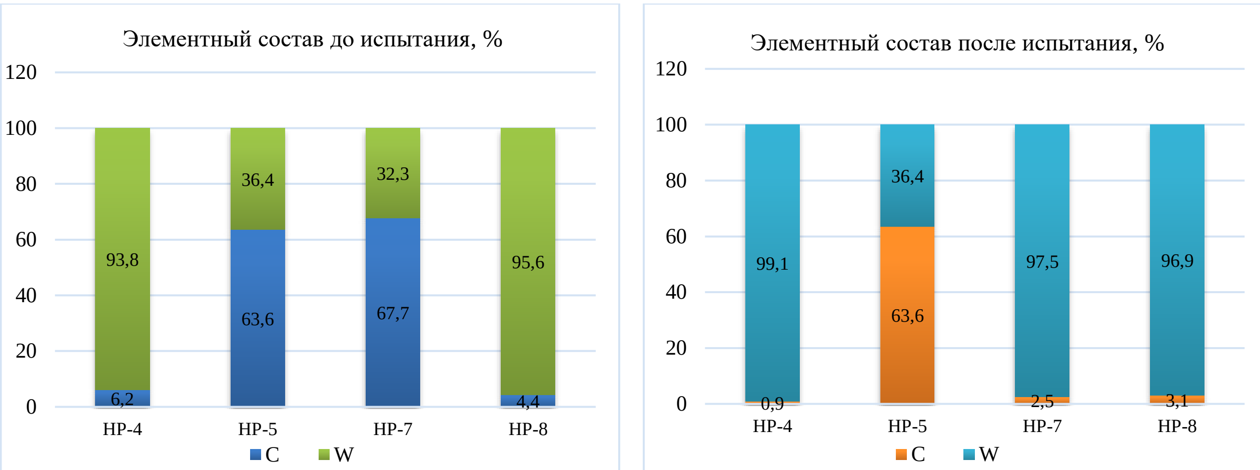


Рисунок 24 – Оценка изменения шероховатости поверхности образцов до и после тепловой нагрузки

Результаты элементного микроанализа поверхностного слоя образцов W до и после тепловой нагрузки при различных режимах представлены на рисунке 25.



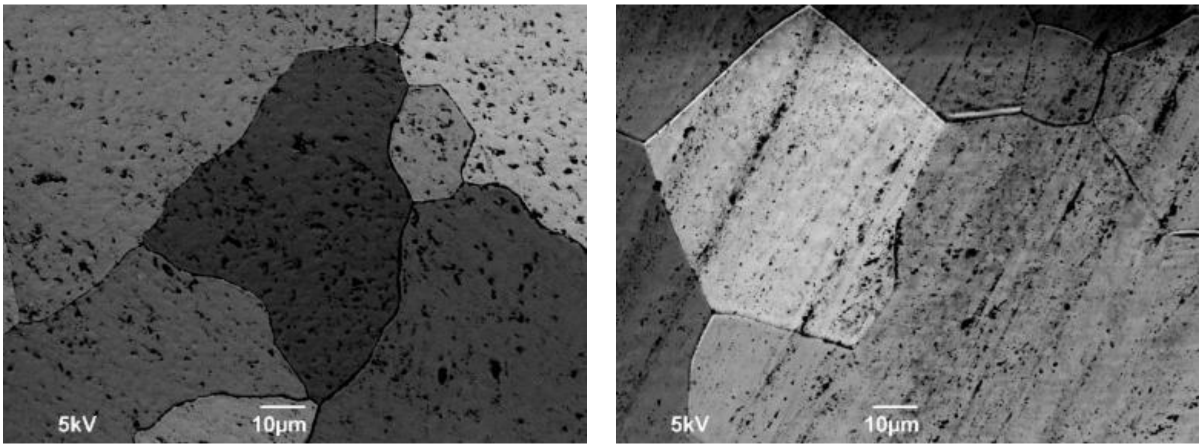
а) до тепловой нагрузки б) после тепловой нагрузки

Рисунок 25 – Данные элементного анализа поверхностного слоя

У образца НР-4 с полукарбидным слоем после тепловой нагрузки значительно изменился элементный состав за счет уменьшения содержания углерода. При этом наименьшее изменение заметно у образца НР-8 после тепловой нагрузки при мощности q=20 МВт/м^2. Образец НР-5 с монокарбидным слоем в лучшем виде сохранил элементный состав при воздействии тепловой нагрузки при мощности q=10 МВт/м^2. Увеличение мощности тепловой нагрузки приводит к заметному снижению содержания углерода, о чем свидетельствует образец НР-7.

4.3 Исследование структурно-фазового состояния вольфрама с приповерхностным карбидным слоем после тепловой нагрузки

Исследование микроструктуры поверхности образцов до и после тепловой нагрузки, представленное на рисунках 24 и 25, иллюстрирует морфологию поверхности с явными изменениями. СЭМ-изображения состояния микроструктуры поверхности вольфрамовых образцов в результате тепловой нагрузки показаны на рисунке 26.

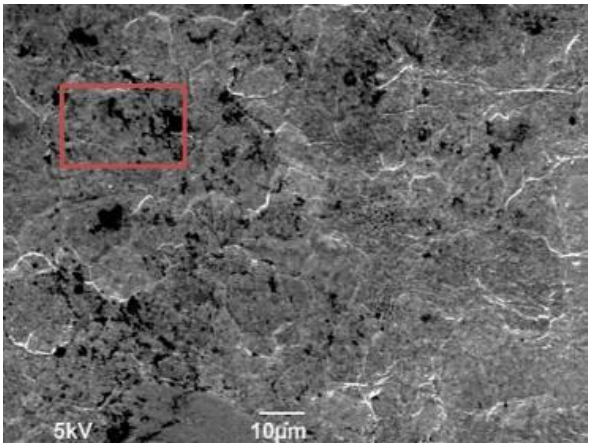


а) Образец НР-1 б) Образец НР-2

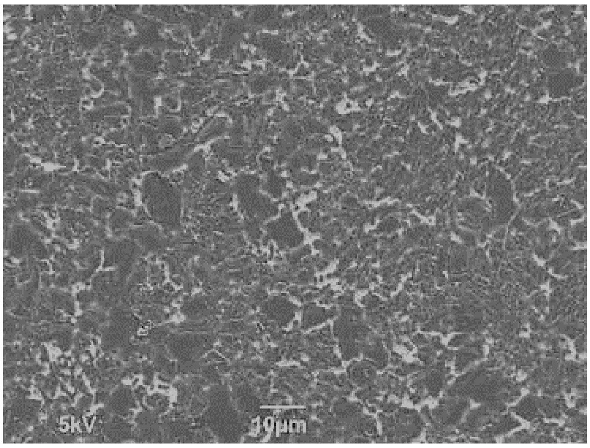
Рисунок 26 – СЭМ-изображения поверхности образцов W без карбидного слоя после тепловой нагрузки (увеличение ×1000).

Тепловая нагрузка приводит к равномерному распылению поверхности вольфрама вне зависимости от температуры.

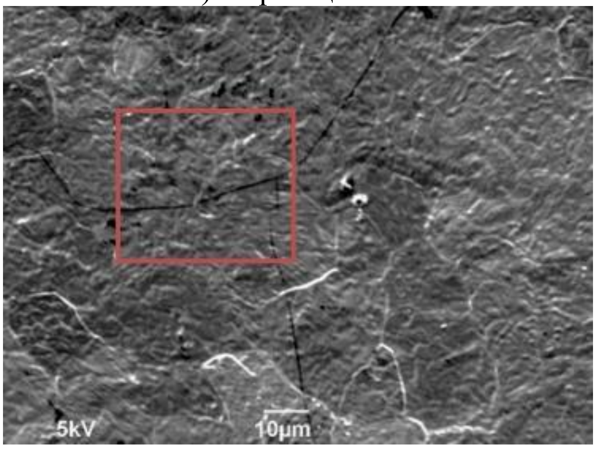
СЭМ-изображения состояния микроструктуры карбидного слоя поверхности образцов после тепловой нагрузки показаны на рисунке 27.



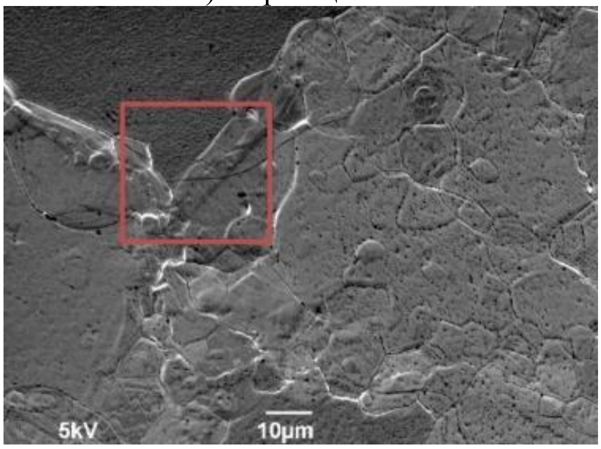
а) Образец HP-4



б) Образец HP-5



в) Образец HP-7



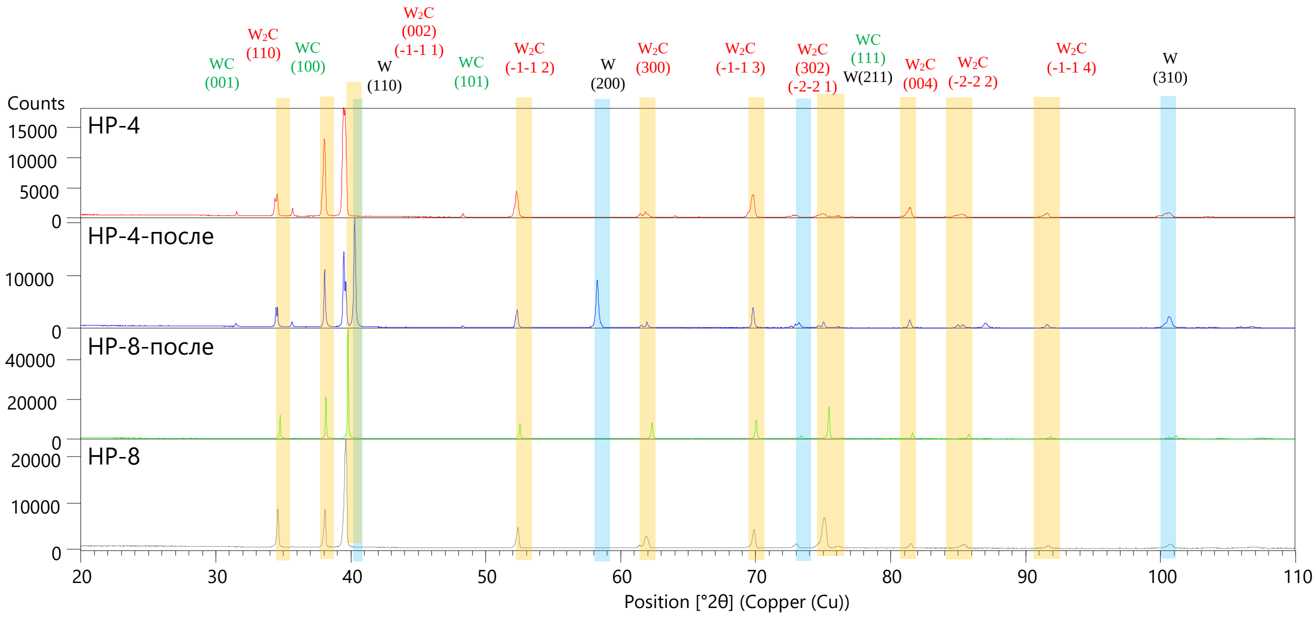
г) Образец HP-8

Рисунок 27 – СЭМ-изображения состояния микроструктуры поверхности образцов W с карбидным слоем после тепловой нагрузки (×1000)

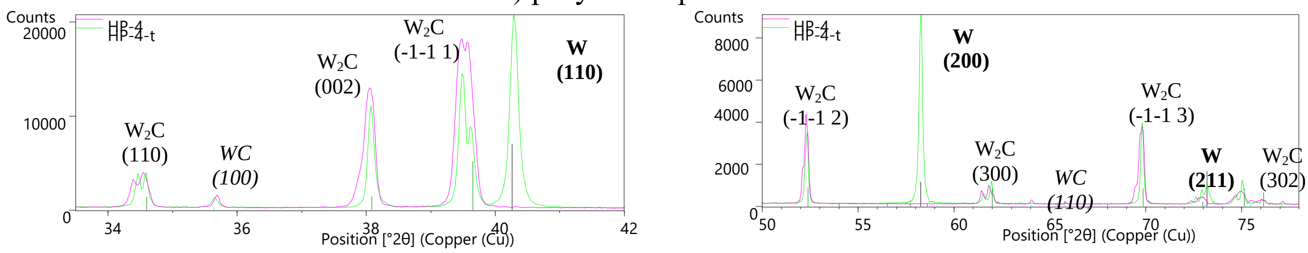
На рисунке 27 а,б видно, что на образцах HP-4 и HP-5 при воздействии тепловой нагрузки малой мощности частично сохранился поверхностный карбидный слой. На фрагменте микроструктуры образца HP-4 с полукарбидным слоем (рисунок 27а) заметны хлопьевидные включения углерода, расположенные, в основном, в межзеренных участках. На образце HP-5 с монокарбидным слоем углерод приобрел рыхлую структуру, состоящую из большого количества отдельных наростов, между которыми просачивается подложка (поверхность W или карбидного слоя см. рисунок 27б). Рисунки 27в, г показывают, что на поверхности образцов HP-7 и HP-8 обнаружены разветвленные трещины, распространяющиеся, в основном, по границам и сквозь зерен. Протяженность трещин значительно превышает размеры зерен. Образование таких трещин вызвано более интенсивным разрушением – W_2C- и WC-фаз под действием высокой тепловой мощности. Образец HP-7 имеет более текстурированную поверхность по сравнению с образцом HP-8, что согласно результатам рентгеноструктурного анализа свидетельствует о заметном снижении содержания углерода.

Для оценки изменения фазового состава был проведен рентгенофазовый анализ поверхности вольфрама с карбидным слоем после тепловой нагрузки. При анализе для идентификации фазового состава были применены карточки дифрактометрических данных полукарбида и монокарбидов вольфрама, а также карточка металлического вольфрама, которые использовались для идентификации фазового состава образцов с карбидным слоем.

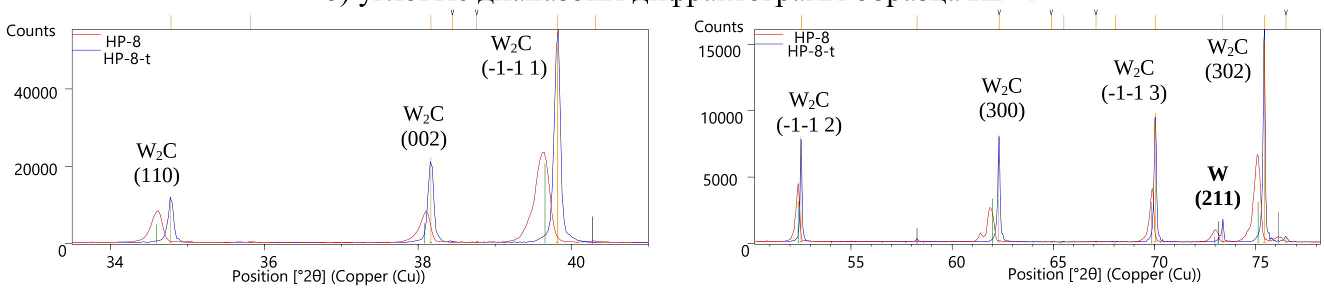
Результат фазовой идентификации пиков на дифрактограммах образцов НР-4 и НР-8 с карбидным слоем W_2C до и после тепловой нагрузки представлен на рисунке 28.



а) результат фазового анализа



б) угловые диапазоны дифрактограмм образца НР-4



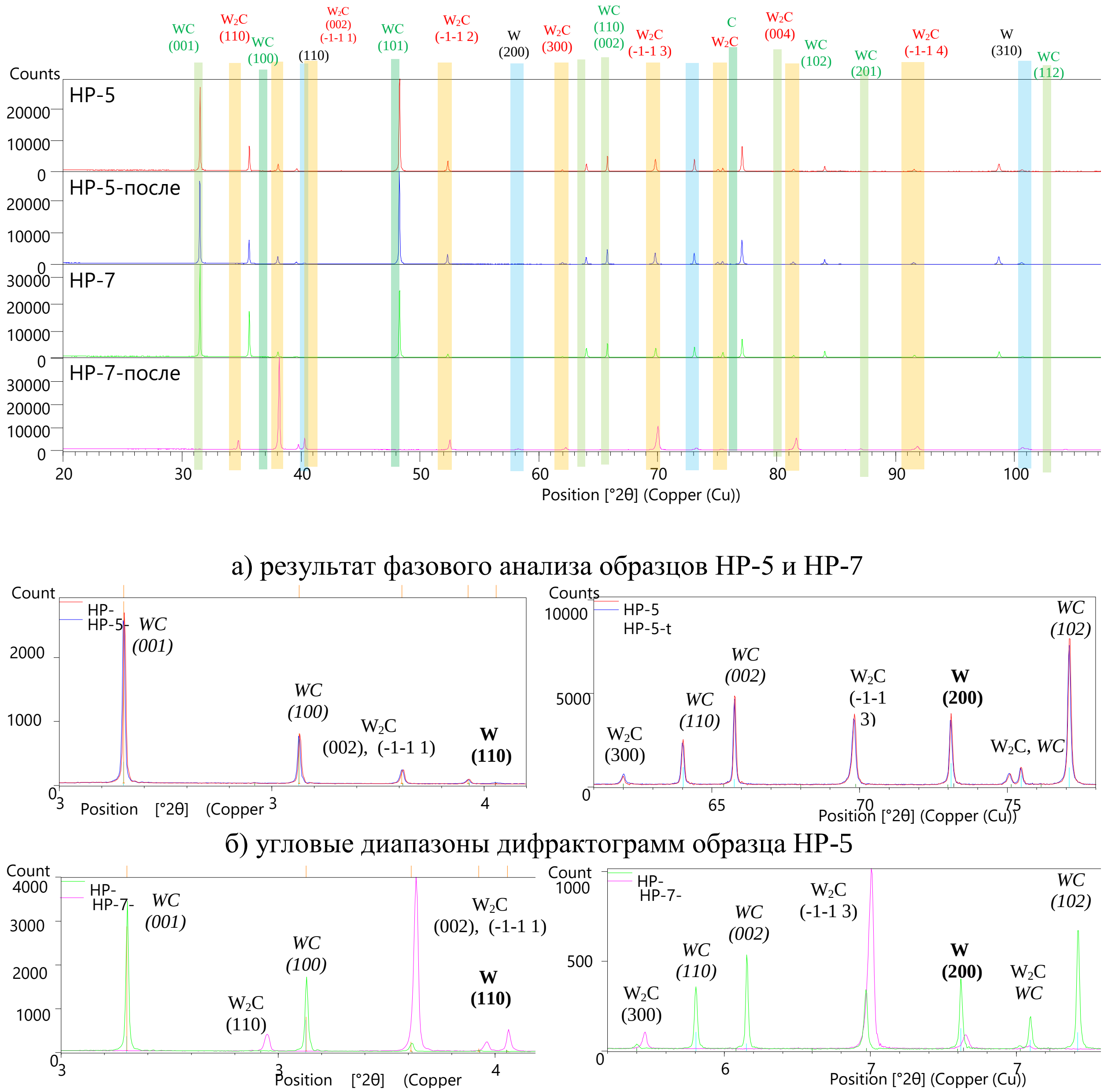
в) угловые диапазоны дифрактограмм образца НР-8

Рисунок 28 – Изменение структурных параметров образцов НР-4 и НР-8 после тепловой нагрузки

В фазовом составе образца НР-4 после тепловой нагрузки при мощности q=10 МВт/м^2 произошли изменения, наиболее выраженные в значительном росте интенсивностей линий фазы вольфрама. Оценка содержания фазы вольфрама увеличилась до уровня 30 % (в исходном состоянии было <5 %). Большинство пиков полукарбида вольфрама сохранило раздвоенность профиля, полуширина компонент профиля уменьшилась. Оценка содержания фазы полукарбида вольфрама – уменьшилась до 70 % (около 90 % в исходном состоянии).

Основой фазового состава образцов НР-8 остался полукарбид вольфрама W_2C. В результате тепловой нагрузки при мощности q=20 МВт/м^2 произошло смещение линий полукарбида вольфрама в сторону больших углов, увеличилась интенсивность линий и уменьшилась ширина. Это свидетельствует об улучшении кристалличности и об изменении параметров решетки фазы полукарбида вольфрама. Оценка содержания фазы вольфрама возросла до 16 %.

Результат фазовой идентификации образцов НР-5 и НР-7 с карбидным слоем WC до и после тепловых нагрузок представлен на рисунке 29.



а) результат фазового анализа образцов НР-5 и НР-7

б) угловые диапазоны дифрактограмм образца НР-5

в) угловые диапазоны дифрактограмм образца НР-7

Рисунок 29 – Изменение структурных параметров образцов НР-5 и НР-7 после тепловой нагрузки

В фазовом составе образца HP-5 после тепловой нагрузки при мощности $q=10$ МВт/м^2 произошли незначительные изменения. Интенсивности линий фаз вольфрама и полукарбида вольфрама находятся на уровне 3 %. Уровень интенсивности фазы монокарбида вольфрама (WC) остался на прежнем уровне 93–94 %, что обусловлено сравнительно высокой температурной стабильностью данной фазы.

В фазовом составе образца HP-7 наблюдаются изменения фазового состава после тепловой нагрузки при мощности $q=20$ МВт/м^2. Фаза монокарбида вольфрама практически исчезла. Интенсивности линий фазы полукарбида вольфрама увеличились, оценка содержания этой фазы находится на уровне 60 %. Оценка содержания фазы вольфрама – около 40 %. В исходном состоянии основой фазового состава материала образца HP-7 была фаза монокарбида вольфрама (98 %).

4.4. Выводы по четвертой главе

Таким образом, на основе полученных результатов работ, представленных в четвертой главе, сделаны следующие ряд выводов.

Установлено, что при тепловой нагрузке различной мощности удельная распыляемость поверхности образцов с карбидным слоем значительно меньше по сравнению с вольфрамом без карбидного слоя и демонстрирует сравнительно высокую стойкость карбидного слоя к эрозии.

Определено, что при разной мощности тепловой нагрузки наличие карбидного слоя на поверхности вольфрама влияет на микротвердость, шероховатость, удельную распыляемость поверхности и структурно-фазовое состояние вольфрама.

Тепловая нагрузка при мощности $q=10$ МВт/м^2 не сильно влияет на изменение элементного состава поверхности образцов вольфрама с карбидным слоем. При этом увеличение мощности тепловой нагрузки до $q=20$ МВт/м^2 приводит к заметному снижению содержания углерода и растрескиванию поверхности вольфрамовых образцов. В зависимости от вида карбидного слоя при повышении мощности тепловой нагрузки снижается микротвердость вольфрама до 40 %.

По результатам рентгенофазового анализа установлены изменения в фазовом составе образцов с полукарбидным слоем в результате тепловой нагрузки. Оценочное содержание фазы вольфрама возросло до 30 %, содержание фазы полукарбида вольфрама снизилось до 70 %. При увеличении мощности тепловой нагрузки происходит смещение линий полукарбида вольфрама в сторону больших углов, увеличивается интенсивность и уменьшается ширина линий.

Установлено, что при тепловой нагрузке $q=20$ МВт/м^2 (1750 °C) в образцах вольфрама фаза монокарбида (WC) практически исчезает по данным ренгтенофазового анализа. Возрастает интенсивность линий фазы полукарбида вольфрама (W_2C), оценка содержания этой фазы находится на уровне 60 %. Оценка содержания фазы вольфрама – около 40 %. При этом в исходном состоянии основой фазового состава в поверхности образца вольфрама была фаза монокарбида вольфрама (WC – 98 %).

Установлено, что при сравнительно низкой температуре (905 °С) испытания поверхность вольфрама с приповерхностным карбидным слоем характеризуется высокой термической стабильностью структуры, с повышением температуры (1750 °С) поверхностная структура материала подвержена к деградации с образованием трещин и вторичных выделений.

Экспериментально апробированный в данной работе способ по высокотемпературному испытанию вольфрама с приповерхностым карбидным слоем может использоваться для планирования режимов экспериментальных работ на плазменно-пучковой установке с целью оценки структуры, свойств и ресурсной стойкости материалов при стационарном тепловом потоке в режиме электронного пучка.

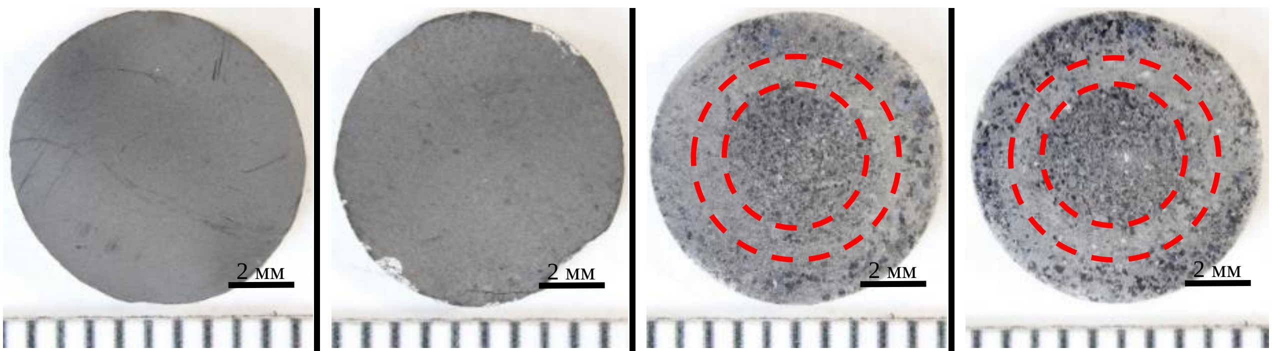
5 ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОБЛУЧЕНИЯ ГЕЛИЕВОЙ ПЛАЗМОЙ НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА ПРИПОВЕРХНОСТНОГО КАРБИДНОГО СЛОЯ ВОЛЬФРАМА

Данная глава посвящена исследованию влияния приповерхностного карбидного слоя на процессы взаимодействия плазмы с вольфрамом. В экспериментах реализовано облучение гелиевой плазмой образцов вольфрама с различными карбидными слоями на плазменно-пучковой установке. Полученные данные предоставляют новые сведения о процессах на поверхности вольфрама с карбидным слоем под воздействием гелиевой плазмы. Результаты анализа показали, что приповерхностный карбидный слой влияет на поведение вольфрама под воздействием плазмы, включая изменения в морфологии поверхности, стойкость к высокотемпературному облучению и изменения структурного состояния и свойств материала. Кроме того, в результате исследования установлен механизм образования гелиевых пузырьков и их влияние на поверхность вольфрама с приповерхностным карбидным слоем при различных температурах облучения.

Результаты исследования, приведенные в данном разделе, опубликованы в работах [187–197].

5.1 Облучение гелиевой плазмой образцов вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

При определении исходных характеристик поверхности вольфрама для исследований использовались образцы, не подвергавшиеся карбидизации поверхности (образцы W-1 и W-2). Общее количество образцов вольфрама в соответствии с представленными в диссертационной работе результатами составляет 6 шт. Из них 2 образца с карбидным слоем WC и 2 образца с карбидным слоем W_2C, которые были получены в соответствии с ранее разработанным способом на плазменно-пучковой установке, описанным в главе 2. Внешний вид образцов вольфрама с карбидным слоем представлен на рисунке 30. Маркировка образцов выполнена в соответствии с фазовым составом поверхностного слоя образцов.



а) WC-3 б) WC-4 в) W_2C-5 г) W_2C-6

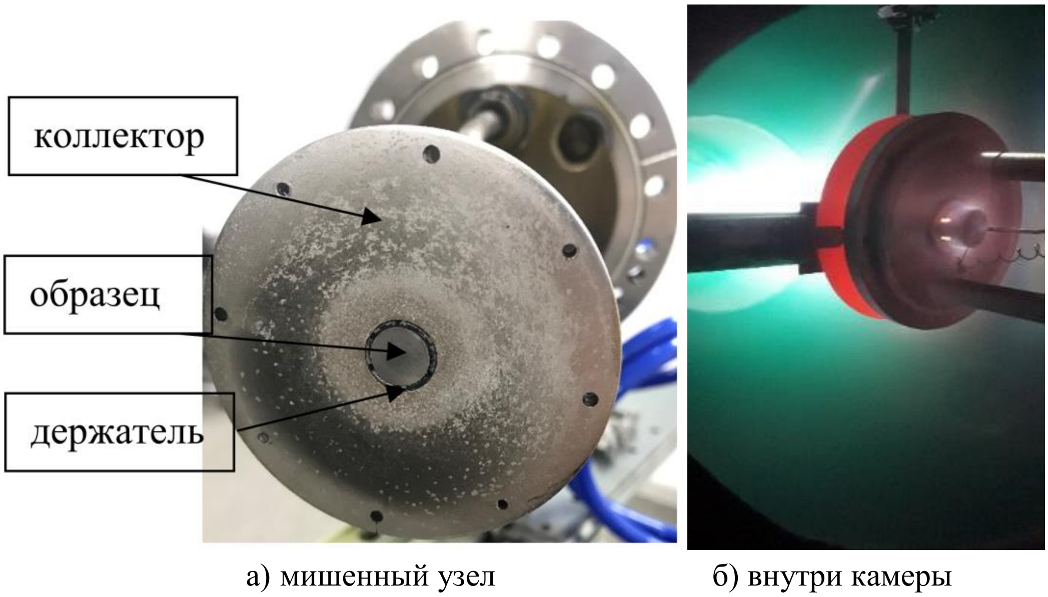
Рисунок 30 – Внешний вид образцов вольфрама с приповерхностным карбидным слоем

После карбидизации на всех образцах поверхность вне зависимости от условий экспериментов характеризуется отсутствием металлического блеска, характерного для исходных образцов. Поверхность образцов WC-3 и WC-4 характеризуются наличием слоя темного оттенка, при этом имеют визуально определяемые матовые зоны. Других видимых дефектов на поверхности образцов не обнаружено, за исключением образца WC-4, где на краях наблюдается наличие крупных сколов, которые образовались в результате закрепления образца в коллекторный узел экспериментальной установки.

При осмотре образцов, со слоем из полукарбида вольфрама W_2C, на поверхности образца W_2C-5 наблюдается наличие промежуточного участка с матовым светло-серым оттенком. При этом центральная часть образца характеризуется визуально наблюдаемой зеренной структурой диаметром около Ø4,5 мм переходящего в промежуточный участок с матовой областью, шириной около 1 мм (внутренний ~ Ø 4,5 мм, наружный ~ Ø 5,5). Ближе к периферии наблюдается переход обратно к структуре схожей с центральным участком с небольшим укрупнением зеренной структуры.

Для исследования влияния облучения гелия на морфологию поверхности вольфрама были определены условия проведения экспериментальных работ на плазменно-пучковой установке.

В соответствии с полученным результатами, описанные в главе 3, по моделированию тепловой нагрузки на плазмообращенный вольфрам в условиях штатной эксплуатации ИТЭР рассчитаны значения температуры при плазменном облучении для имитации тепловой нагрузки, которые составили 905 °С (соответствует ~10 МВт/м^2) и 1750 °С (соответствует ~20 МВт/м^2). Давление в камере составило в диапазоне от $1{,}0 \cdot 10^{-3}$ Торр до $1{,}2 \cdot 10^{-3}$ Торр. Поток ионов гелия порядка $\geq 10^{22}$ м$^{-2}$с$^{-1}$. На рисунке 31 показаны мишенный узел ППУ и процесс облучения образца гелиевой плазмой.



а) мишенный узел б) внутри камеры

Рисунок 31 –Мишенный узел с образцом и апертурная диафрагма в камере взаимодействия ППУ в процессе облучения вольфрама гелиевой плазмой

Для оценки плотности ионного тока на образец, в рабочей камере была установлена апертурная диафрагма с отверстием Ø10 мм, представленная на рисунке 29б, соответственно диаметр пучка составил около 10 мм. Плотность ионного тока составила ~ 0,8 мА/мм^2.

Тепловая нагрузка на поверхность образцов осуществлялась совместно с воздействием гелиевой плазмы. В предварительно откачанную до высокого вакуума камеру взаимодействия подавался гелий до давления $(1{,}0\pm0{,}05)\cdot10^{-3}$ Торр для формирования ППР. Регистрация данных производилась в режиме реального времени. Основные параметры экспериментов приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Параметры проведения экспериментов по воздействию гелиевой плазмы на вольфрам

Образец	Состояние поверхности вольфрама	Мощность электронного пучка, Вт	Ионный ток на образце, мА	Температура лицевой стороны, °С
W-1	Без карбидного слоя	470	78	905±10
W-2	Без карбидного слоя	1635	100	1750±10
WC-3	С карбидным слоем WC	335	27	905±10
WC-4	С карбидным слоем WC	1050	66	1750±10
W_2C-5	С карбидным слоем W_2C	322	28	905±10
W_2C-6	С карбидным слоем W_2C	1093	79	1750±10

В данной работе применялся режим пучково-плазменного воздействия на вольфрам. Вакуумная система ППУ обеспечивала давление $<10^{-6}$ Торр. Мощность воздействия пучково-плазменного разряда изменялась в зависимости от расчетной температуры поверхности вольфрама. Ионный ток на образце измерялся амперметром источника питания, который обеспечивал подачу потенциала минус 2000 В. Определение плотности тока обеспечивалось посредством расположения диафрагмы перед мишенным узлом с апертурой диаметром 10 мм.

В процессе облучения осуществлялась контактная диагностика гелиевой плазмы вблизи облучаемой поверхности вольфрама с применением зонда Ленгмюра. Параметры облучения гелиевой плазмой приведены в таблице 9.

Таблица 9 – Параметры облучения гелиевой плазмой при разных температурных режимах

Образцы	Температура поверхности W ($T_{пов}$),°С	Концентрация плазмы (n_0), м$^{-3}$	Температура электронов (T_e), эВ	Поток ионов, м$^{-2}$с$^{-1}$	Флюенс ионов, м$^{-2}$
W-1, WC-3, W_2C-5	905	$2{,}78\cdot10^{18}$	7,39	$7{,}65\cdot10^{21}$	$8{,}26\cdot10^{25}$
W-2, WC-4, W_2C-6	1750	$2{,}52\cdot10^{18}$	7,69	$1{,}10\cdot10^{21}$	$7{,}48\cdot10^{25}$

Обработка ВАХ и расчет локальных параметров проводились с помощью программного обеспечения для анализа и визуализации научных данных QtiPlot.

Спектрометрический анализ в камере взаимодействия установки проводился в режиме онлайн при времени интеграции 1000 мс. График оптических спектров при двух режимах облучения показан на рисунке 32.

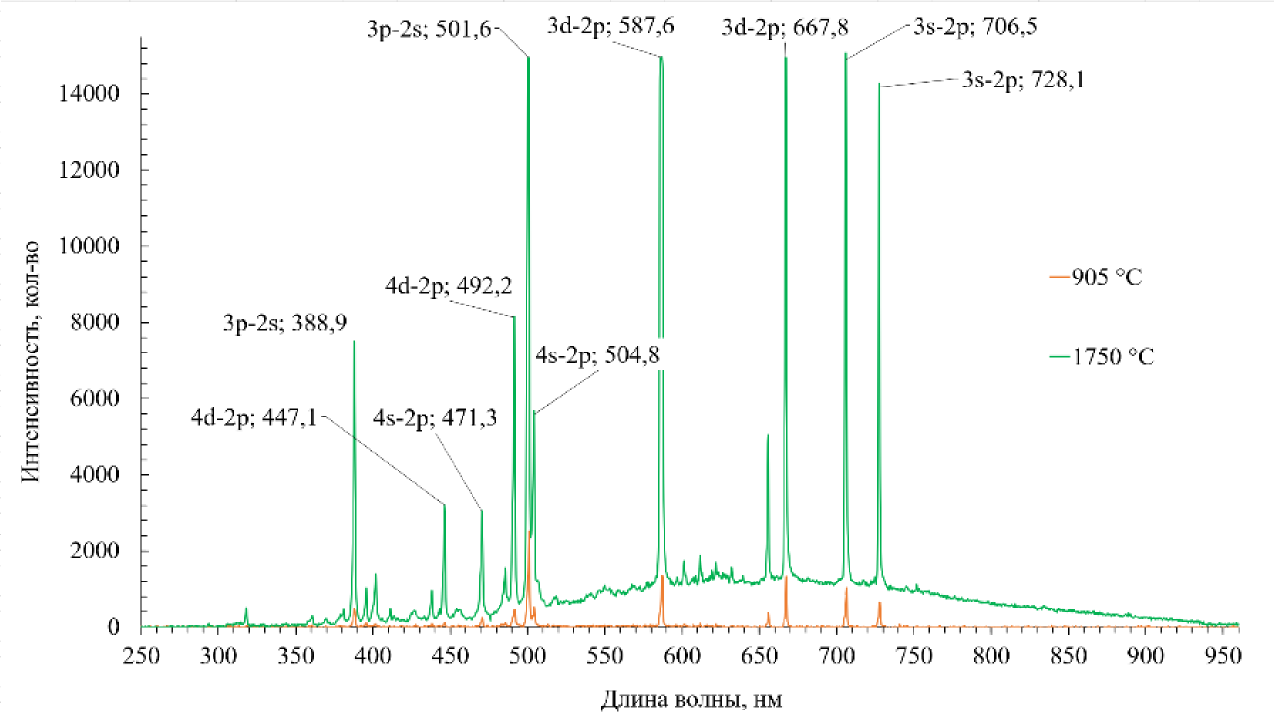


Рисунок 32 – График оптических спектров при разных режимах облучения вольфрамовых образцов гелиевой плазмой

На графике можно наблюдать только спектральные линии гелия высокой интенсивности. Установлено, что интенсивность излучения гелиевой плазмы зависит от режимов облучения, а именно, увеличивается с повышением мощности электронного пучка. Это связано с увеличением количества ионов гелия в объеме, что подтверждается более высоким ионным током гелиевого облучения.

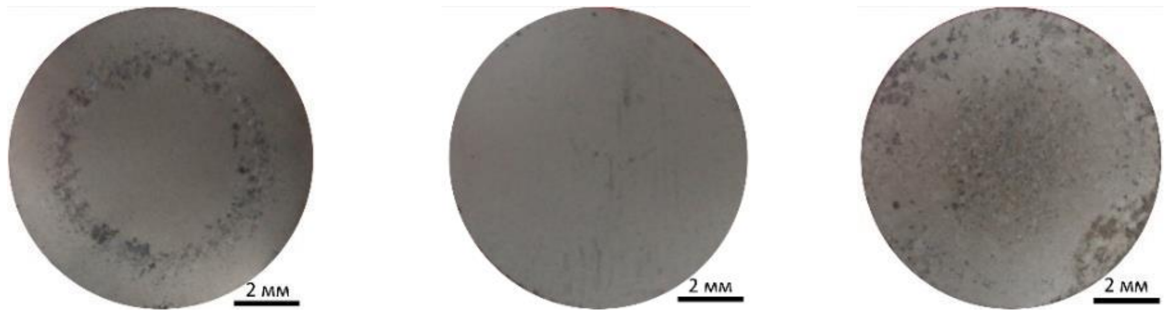
5.2 Макроструктура поверхности вольфрама после облучения гелиевой плазмой

Макроизображения поверхности образцов вольфрама после облучения гелиевой плазмой приведены на рисунке 31. Структура поверхности двух образцов существенно различаются между собой в зависимости от температуры облучения и образцы были разделены на две группы.

Образцы, облученные при температуре ~905 °С характеризуются светло-серым матовым оттенком с наличием локальных участков с зеренной структурой. Для образца W-1, без карбидного слоя, данная структура имеет четкое очертание в виде кольца с шириной 1,5 мм (внутренний Ø = 5,5 мм и наружный Ø = 7 мм), тогда как зеренная структура образца W-2 характеризуется локальным хаотичным расположением.

Поверхности образцов, облученных при ~1750 °C, характерно сплошная зеренная структура, при этом на периферии поверхности образцов W-2 и W_2C-6 наблюдается наличие крупных зерен. Образец WC-4 имеет равномерную мелкозернистую структуру.

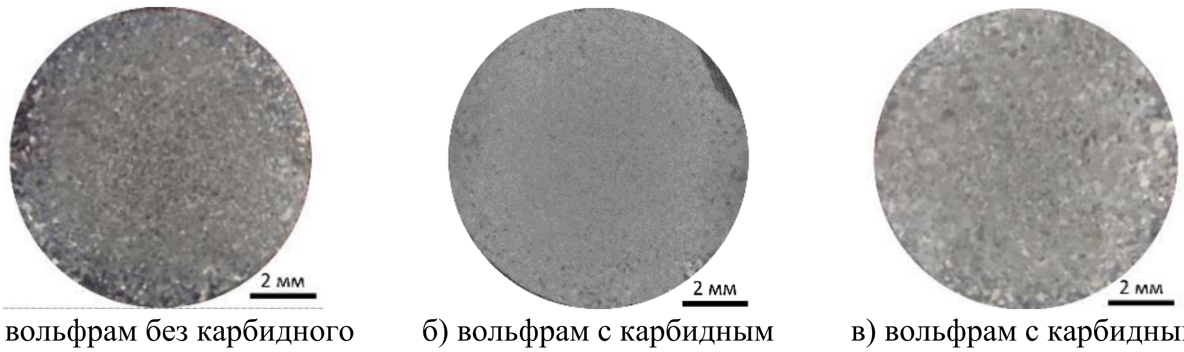
Макроизображения поверхности вольфрамовых образцов без карбидного слоя и с наличием карбидов после облучения гелиевой плазмой приведены на рисунках 33 и 34. Образцы W-1, WC-3, W_2C-5, облученные гелиевой плазмой при температуре ~905 °C характеризуются светло-серым матовым оттенком с наличием локальных участков с зеренной структурой. Для образца W-1, без карбидного слоя, данная структура имеет четкое очертание в виде кольца с шириной 1,5 мм (внутренний Ø = 5,5 мм и наружный Ø = 7 мм).



а) вольфрам без карбидного слоя W-1 | б) вольфрам с карбидным слоем WC-3 | в) вольфрам с карбидным слоем W_2C-5

Рисунок 33 – Внешний вид облученной гелиевой плазмой поверхности образцов вольфрама при ~905 °C

Поверхностям образцов W-2, WC-4, W_2C-6, облученных при ~1750 °C, характерна сплошная зеренная структура. При этом на периферии поверхности образцов W-2 и W_2C-6 наблюдается наличие крупных зерен (рисунок 34). Образец WC-4 имеет равномерную мелкозернистую структуру.



а) вольфрам без карбидного слоя W-2 | б) вольфрам с карбидным слоем WC-4 | в) вольфрам с карбидным слоем W_2C-6

Рисунок 34 – Внешний вид облученной гелиевой плазмой поверхности образцов вольфрама при ~1750 °C

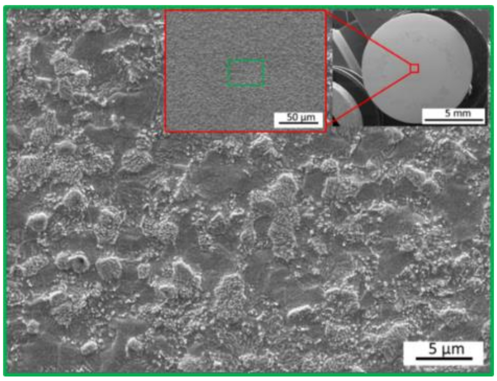
5.3 Исследование микроструктуры поверхности вольфрама без карбидного слоя после облучения гелиевой плазмой

Для сравнительного анализа было проведено облучение гелиевой плазмой двух образцов вольфрама без карбидного слоя при температурах ~905 °С и ~1750 °С. Элементный анализ облученной поверхности обеих образцов показывает характерный чистый спектр W, в дополнение к слабому пику кислорода (Таблица 10). Предположительно присутствие кислорода на поверхности образца связано с адсорбцией воды, которая могла произойти в вакуумной камере после процесса облучения ионами He^+.

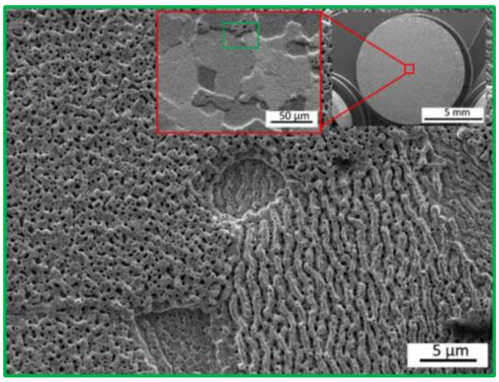
Таблица 10 – Результаты ЭДС-анализа поверхности образцов вольфрама

Образец	C	O	W	Сумма
Образцы до облучения, масс.%				
W-1	-	-	100,00	100,00
W-2	-	-	100,00	100,00
WC-3	98,43	0,35	1,21	100,00
WC-4	97,18	1,07	1,76	100,00
W_2C-5	30,54	1,49	67,97	100,00
W_2C-6	31,31	1,36	67,33	100,00
Образцы после облучения гелиевой плазмой, масс.%				
W-1	-	6,75	93,25	100,00
W-2	-	5,60	94,40	100,00
WC-3	-	7,60	92,40	100,00
WC-4	-	-	100,00	100,00
W_2C-5	-	8,59	91,41	100,00
W_2C-6	-	-	100.00	100,00

На рисунке 35 представлены СЭМ-изображения микроструктуры поверхности образцов исходного вольфрама после воздействия гелиевой плазмой. Поверхность вольфрама, облученного при температуре ~905 °С, характеризуется образованием хаотично расположенных гелиевых пузырьков микронного и субмикронного размеров (рисунок 35 а).



а) W-1 (~905 °С)



б) W-2 (~1750 °С)

Рисунок 35 – Микроструктура вольфрама без карбидного слоя после воздействия гелиевой плазмой

При высокотемпературном режиме облучения основную роль в росте пузырьков играет их коалесценция в результате процесса термической миграции, а высокая температура облучения привела к образованию пузырьков размером до 10 мкм. В тоже время благодаря очень высокой энергии связи с гелием пузырьки на поверхности образца сохранились.

Еще одной важной особенностью микроструктуры поверхности вольфрамового образца является наличие объемной волнистой структуры (рисунок 36). В целом формирование подобной смешанной структуры (гелиевые пузырьки и ориентированная волнистость) на поверхности образца, скорее всего, зависит от наличия равномерно распределенных зерен вольфрама с разной ориентацией. Это подтверждается тем, что формы и размеры как крупных микронных пузырьков гелия, так и участков с волнистой структурой практически полностью повторяют очертания зерен W и имеют четкие многогранные границы. Многогранная форма гелиевых пузырьков указывает на то, что давление газообразного гелия внутри пузырьков ниже, чем энергия, которая определяется поверхностной энергией. То есть, чем ниже давление газа внутри пузырьков, тем меньше происходит отслаивание. В данном случае вскрытие гелиевых пузырьков не наблюдается.

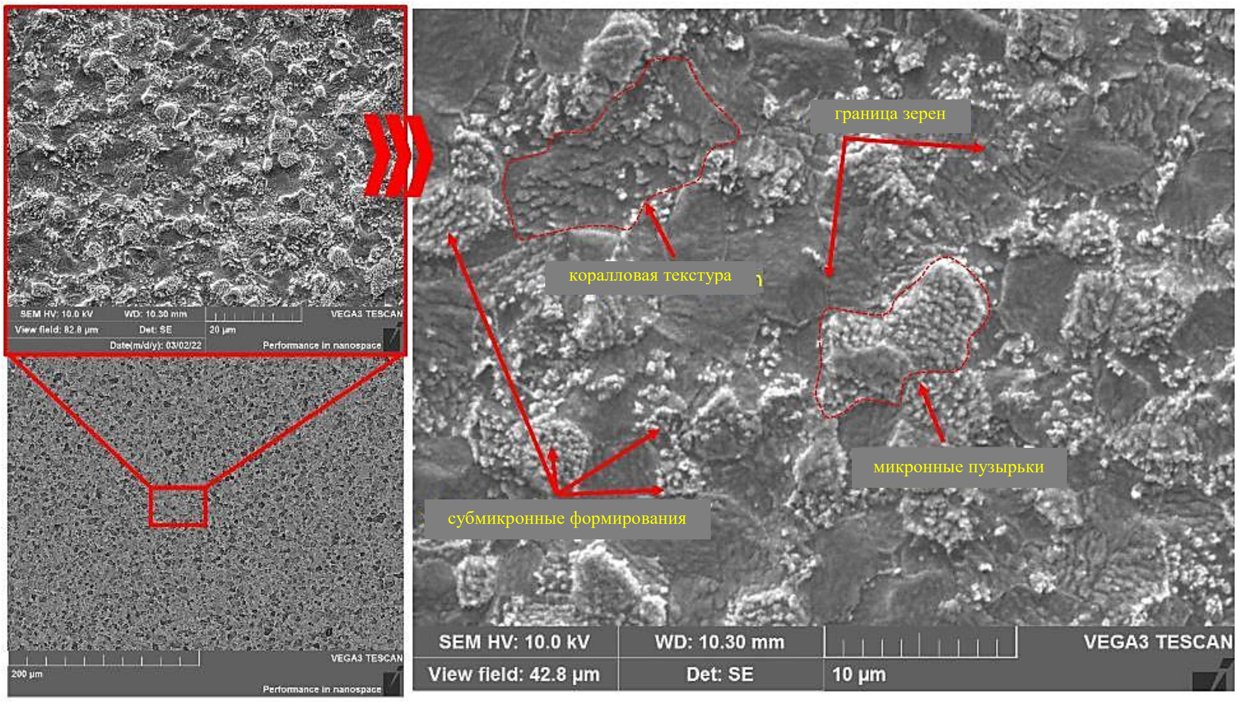


Рисунок 36 – Микроструктура поверхности образца W-1 после облучения гелиевой плазмой при ~905 °C

Таким образом, физический механизм образования гелиевых пузырей заключается в захвате атомов гелия вакансиями, генерируемыми при высокой температуре поверхности материала. Однако, подобный механизм образования пузырей не наблюдался при температуре облучения ~1750 °C.

Облучение гелиевой плазмой вольфрама при температуре ~1750 °C привело к образованию различных поверхностных повреждений (рисунок 37). Главной особенностью структуры поверхности образца является наличие развитой коралловой структуры, с большой концентрацией на их поверхностях отверстии размером не более 1 мкм. При этом морфология и ориентация коралловой структуры меняется от зерна к зерну (рисунок 37 а, б), с наличием определенной ориентированности в пределах каждого зерна. Границы зерен вольфрама имеют четкие очертания и характеризуются во всем объеме образца крупными размерами (±150 мкм). В теле и на границах зерен вольфрама наблюдается образования гелиевых пузырьков, размер которых варьируется в широком интервале значений и может доходить до 20 мкм (рисунок 37 г, д).

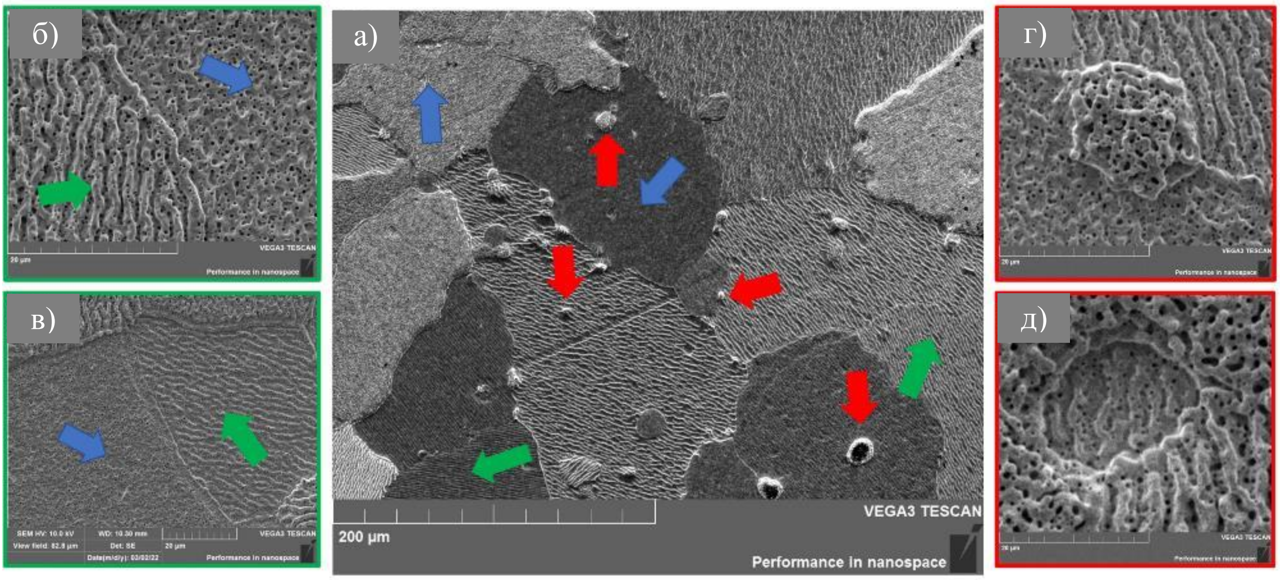


Рисунок 37 – Микроструктура поверхности образца вольфрама W-2 после облучения гелиевой плазмой при ~1750 °С (красными стрелками отмечены образованные гелиевые пузырьки, синими стрелками отмечены зерна с наличием протяженных ориентированных выступов, зелеными стрелками отмечены зерна с наличием бугристой структуры)

Сопротивление поверхности вольфрама к различным видам воздействия напрямую зависят от ориентации каждого отдельного зерна. Соответственно, подобные изменения поверхности образца является следствием эволюции морфологии, которую наблюдаем также на образце облученном при ~905 °С. Связано это с образованием пузырьков гелия, верхняя часть которых разрушается, образуя пустоты или отверстия, диаметр которых достигают (9,5±2,3) нм.

Вышеприведенные экспериментальные результаты показали зависимость изменения морфологии от кристаллографической ориентации зерен. Необходимо отметить, что зерна вольфрама в зависимости от морфологии разделяются на два типа:

– кристаллические зерна с ориентацией {1 0 1}, {0 0 1}, {1 1 2} и {1 1 1} имеющие структуру с большим количеством протяженных ориентированных выступов;

– кристаллические зерна с ориентацией {1 0 3}, {1 0 2}, {4 0 7} и {2 0 3} характеризуется наличием бугристой структуры с большим количеством вертикально вверх ориентированных выступов относительно поверхности.

Согласно полученным результатам установлено, что локальные крупные гелиевые пузырьки в основном сконцентрированы в теле зерен вольфрама, тогда как на границах скапливаются более мелкие гелиевые пузырьки. Важно отметить, что поверхностям гелиевых пузырьков, вне зависимости от размеров, характерна коралловая структура без определенной морфологии.

5.4 Микроструктура поверхности образцов вольфрама с карбидным слоем на основе WC-фазы после облучения гелиевой плазмой

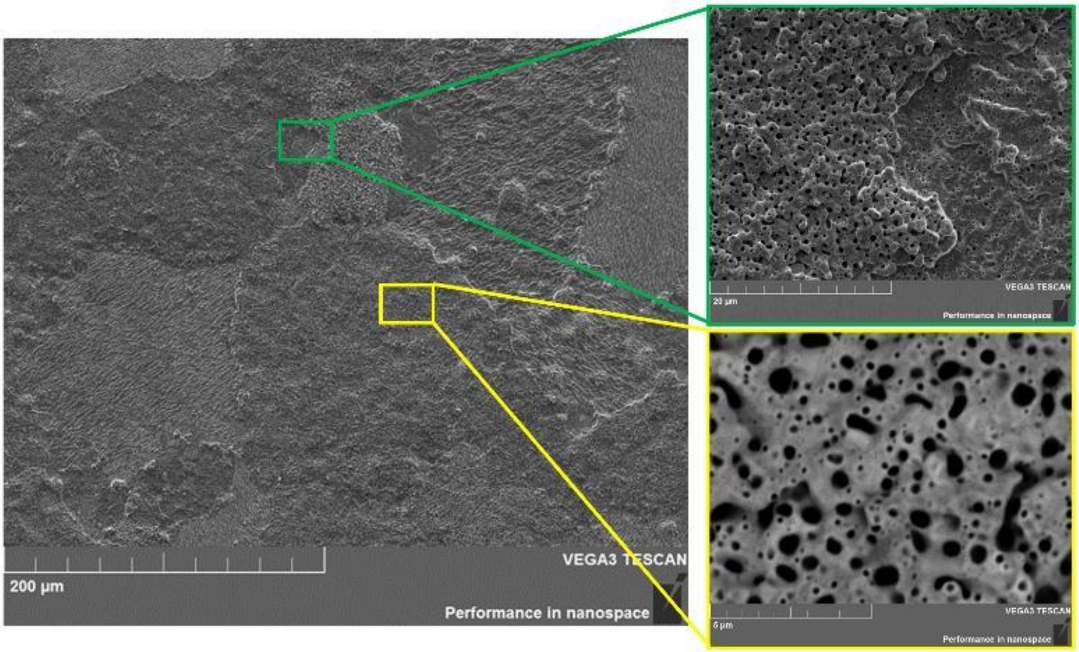
Облучения гелиевой плазмой образцов вольфрама, имеющих карбидный слой на основе WC, проводились при аналогичных условиях, как и для исходных образцов, то есть при энергии ионов 2 кЭв и температурах ~905 °С (образец WC-3), ~1750 °С (образец WC-4). ЭДС-анализ облученной поверхности обеих образцов показывает типичный чистый спектр W (Таблица 10). До облучения на поверхности образца кроме карбидного слоя на основе WC присутствовала углеродная пленка, однако, после облучения наличие углерода не обнаружено. Вероятнее всего длительное воздействие высокой энергии ионов и температуры приводит к полному распылению углерода на поверхности вольфрама.

После испытаний поверхность обоих образцов вне зависимости от температуры воздействия имеет coралловидную структуру с большим количеством гелиевых пузырьков. Отличительной чертой микроструктуры образцов, облученных при различных температурах, является то, что:

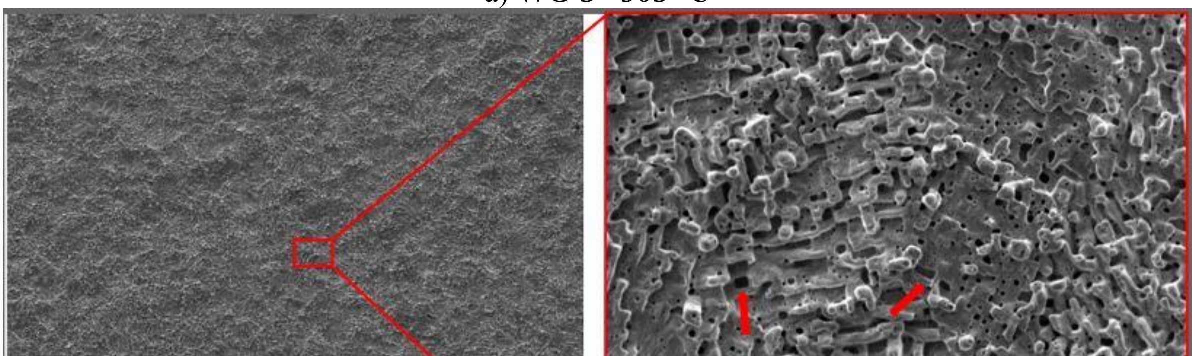
– при температуре облучения ~905 °С (рисунок 38а) образец сохраняет зеренную структуру, однако, размеры зерна увеличиваются, а сама структура образца WC-3 очень близка к структуре исходного образца после облучения при ~1750 °С. За некоторое отличие можно принять визуальную однородность оттенка зерен W.

– при температуре облучения ~1750 °С (рисунок 38б) на поверхности образца полностью отсутствует зеренная структура. При этом в отличии от образцов W-2 и WC-3 в данном образце отсутствует корреляция с ориентацией зерна W, и по всей поверхности структура характеризуется бугристой структурой и вертикально вверх направленными выступами.

После облучения поверхность вольфрама с карбидным слоем WC имеет схожую морфологию с исходным вольфрамом, облученным при ~1750 °С. Сравнительный анализ результатов исходного вольфрама и вольфрама с карбидным слоем показал, что карбидный слой на основе WC отрицательно влияет на свойства поверхности вольфрама. То есть при наличии карбидного слоя на основе WC достаточно уже ~905 °С для образования наблюдаемой коралловой структуры. Последующее увеличение температуры облучения до ~1750 °С для образца WC-4 приводит к преобладанию повреждающего уровня воздействия над ориентацией зерна, и на поверхности наблюдаются уже только коралловые выступы, направленные вертикально вверх, что подтверждает низкую сопротивляемость зерен с ориентации W{1 0 3}, {1 0 2}, {4 0 7} и {2 0 3} к повреждению в процессе воздействия гелия. Скорее всего при увеличении температуры воздействия или энергии ионов для исходного образца облученного при ~1750 °C мы бы наблюдали подобную эволюцию структуры, как и для образца WC-4.



а) WC-3 ~905 °C



б) WC-4 ~1750 °C

Рисунок 38 – Микроструктура поверхности образцов вольфрама с карбидной поверхностью на основе WC- фазы после облучения гелиевой плазмой при разных температурах (красными стрелками отмечены образованные в процессе облучения крупные поры)

Необходимо отметить, что если ранее на образце W-1 после облучения наноразмерные отверстия на поверхности образцов характеризовались преимущественно сферическими формами, то на образце WC-3 с карбидным слоем WC наблюдается появление объемного количества вытянутых неправильной формы ямок (рисунок 38а, обведено желтым цветом). Это вызвано слиянием более мелких близко расположенных ямок. То есть мы наблюдаем изменение в наноструктуре материала, где у нас увеличивается количество и концентрация наноразмерных ямок под воздействием более низкой температуры (905 °C) на вольфрам с карбидным слоем WC.

Тогда как увеличение температуры облучения 1750 °C для образца WC-4 привело к появлению относительно крупных отверстии правильной формы виде параллелепипедов (рисунок 38б, красные стрелки). Вместе с тем, формы коралловых выступов также изменились и приобрели правильную форму с четкими гранями. На высоких точках данных выступов можно наблюдать наличие оплавлений сферической формы.

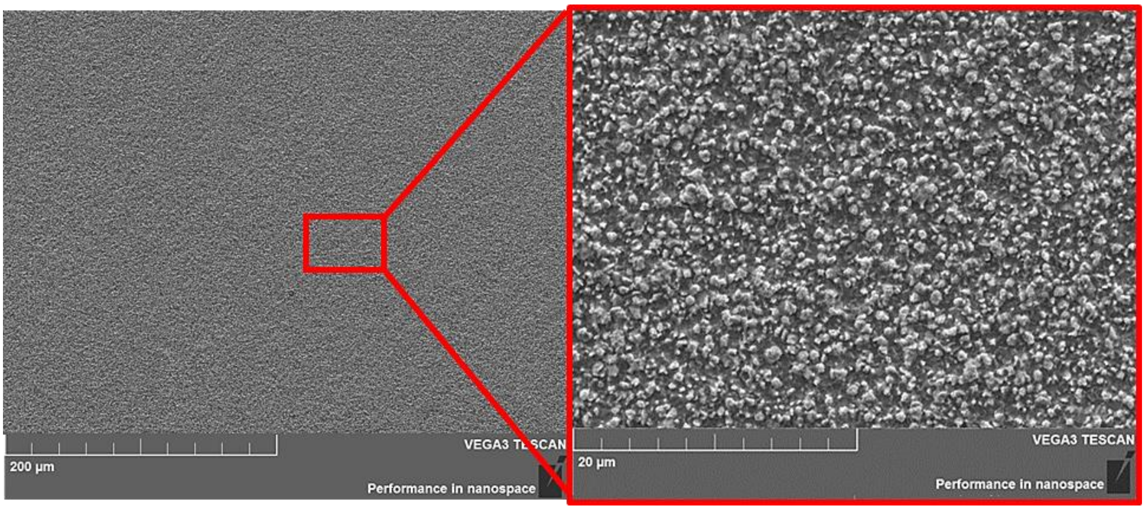
Связано это с тем, что малый объем выступов с учетом их тепловых свойств при высоких температурах имеет значительно более низкую теплопроводность, чем объемный вольфрам. Это означает, что выступы нагреваются сильнее, чем основа вольфрамового образца. Это приводит к оплавлению и рекристаллизации выступов под воздействием температуры и высоких энергий ионов, чем и объясняется правильная форма выступов с четкими гранями. Образцам W-2 и WC-3 после облучения тоже характерно такое поведение, однако количество таких выступов очень мала.

Таким образом эволюцию повреждений структуры поверхности вольфрамовых образцов можно описать в следующем порядке образцов: W-1 → W-2 → WC-3 → WC-4. Где основными характерными маркерами повреждений являются:

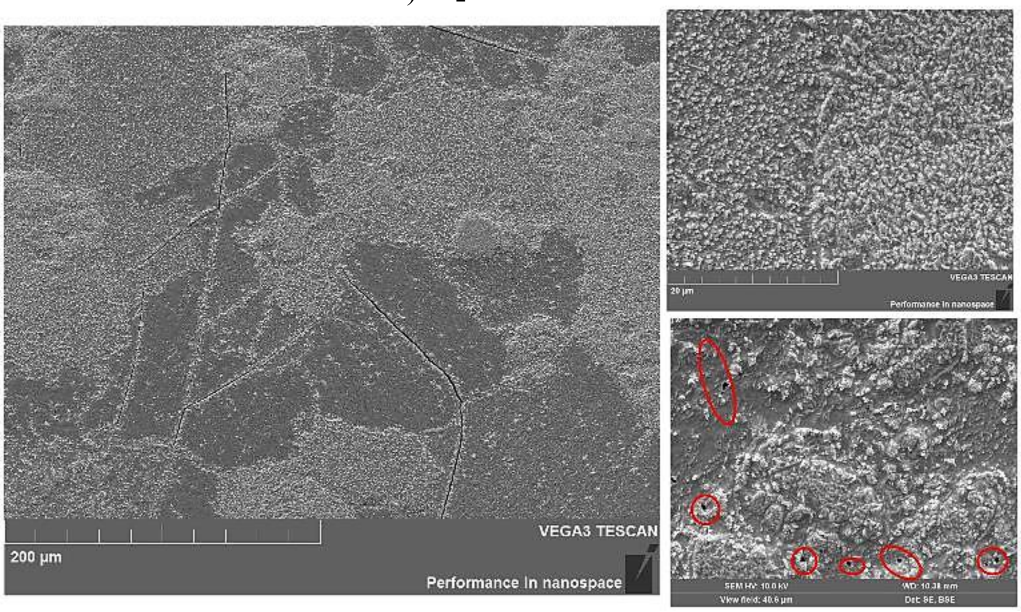
– появление гелиевых пузырьков;
– появление субмикронных гелиевых пузырьков;
– увеличение размеров зерна вольфрама;
– коралловая структура поверхности;
– увеличение концентрации и количество наноразмерных ямок;
– оплавление и рекристаллизация выступов на поверхности вольфрама.

5.5 Изучение микроструктуры поверхности образцов вольфрама с карбидным слоем на основе W_2C фазы после облучения гелиевой плазмой

В последующем, облучению гелиевой плазмой при аналогичных параметрах подвергались образцы с карбидом вольфрама на основе W_2C. Основным отличием микроструктуры поверхности (рисунок 39) данных образцов является отсутствие коралловой структуры. Характер повреждений в структуре образцов с карбидным слоем на основе W_2C схож со структурой исходного образца W-1 облученного при 905 °C.



а) W_2C-5 ~905 °C



б) W_2C-6 ~1750 °C

Рисунок 39 – Микроструктура поверхности вольфрама с карбидным слоем W_2C после облучения гелиевой плазмой при разных температурах

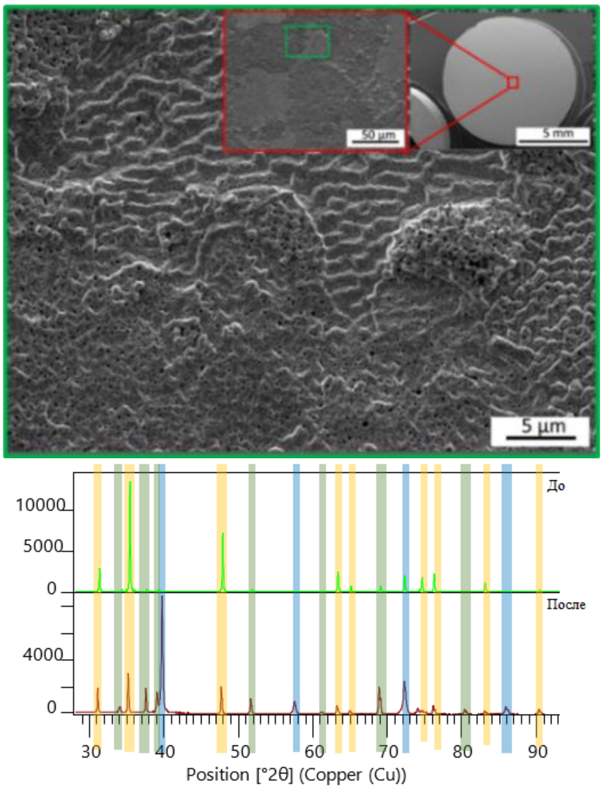
Видно, что поверхность образца W_2C-5 (рисунок 39а), облученного при ~905 °C характеризуется высокой однородностью с равномерно распределенным объемным содержанием субмикронных пузырьков. Сама поверхность имеет более темный оттенок и рельефную морфологию. Микроструктура образца W_2C-6 (рисунок 39б), облученного при ~1750 °C, характеризуется более развитой морфологией с большим количеством протяженных трещин по всей поверхности образца. Следует отметить, что после карбидизации поверхность также характеризуется большим количеством трещин. Однако в образце W_2C-5 после облучения при более низкой температуре подобных трещин не наблюдалось. Возможно, что поверхностный слой образца вольфрама из-за высокой температуры нагрузки подвергся охрупчиванию.

В тоже время при этой температуре облучения поверхность сохраняется крупная зеренная структура. Однако выявленные субмикронные гелиевые пузырьки в основной массе своей аналогичны образцу W_2C-5. Вместе с тем также наблюдается присутствие большого количества более крупных многогранных пузырьков, которые образовались в процессе соединения более мелких субмикронных пузырьков. Зерна с более темным оттенком характеризуются наличием небольшого количества как крупных, так и мелких гелиевых пузырьков. Однако для данных зерен характерно появления пор, которые хаотично распределены по поверхности темных зерен (рисунок 39б, отмечено красным цветом).

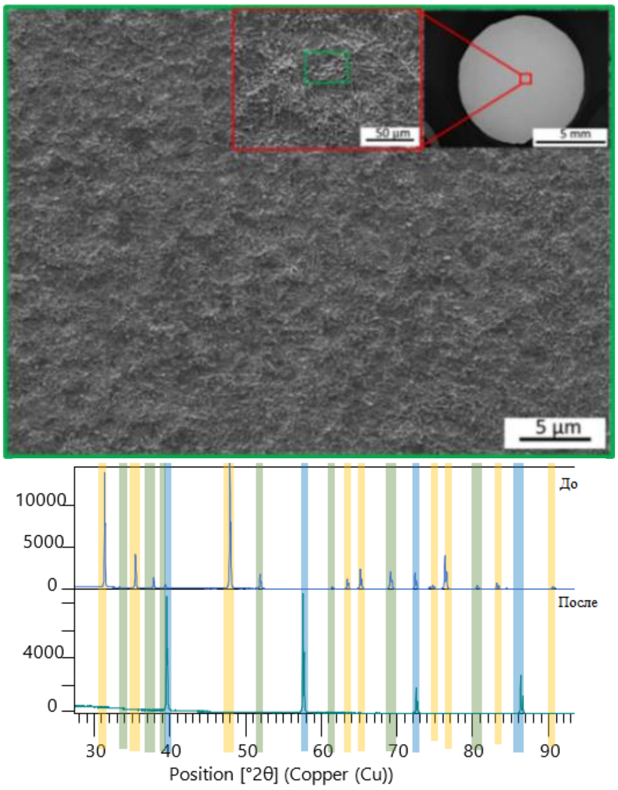
Таким образом, образование микронных и субмикронных пузырьков гелия на поверхности вольфрама в процессе облучения играет существенную роль в формировании в последующем коралловой структуры. Последующий рост и слияние этих пузырьков гелия может значительно изменить форму открытой поверхности и подповерхностных областей вольфрамового образца.

5.6 Анализ структурно-фазового состояния вольфрама с приповерхностным карбидным слоем в результате облучения гелиевой плазмой

На рисунке 40 представлены СЭМ-изображения структуры поверхности образцов вольфрама с карбидными слоями двух типов (WC и W_2C), облученных при температурах ~905 °C и ~1750 °C.



а) WC-3 (~905 °C)

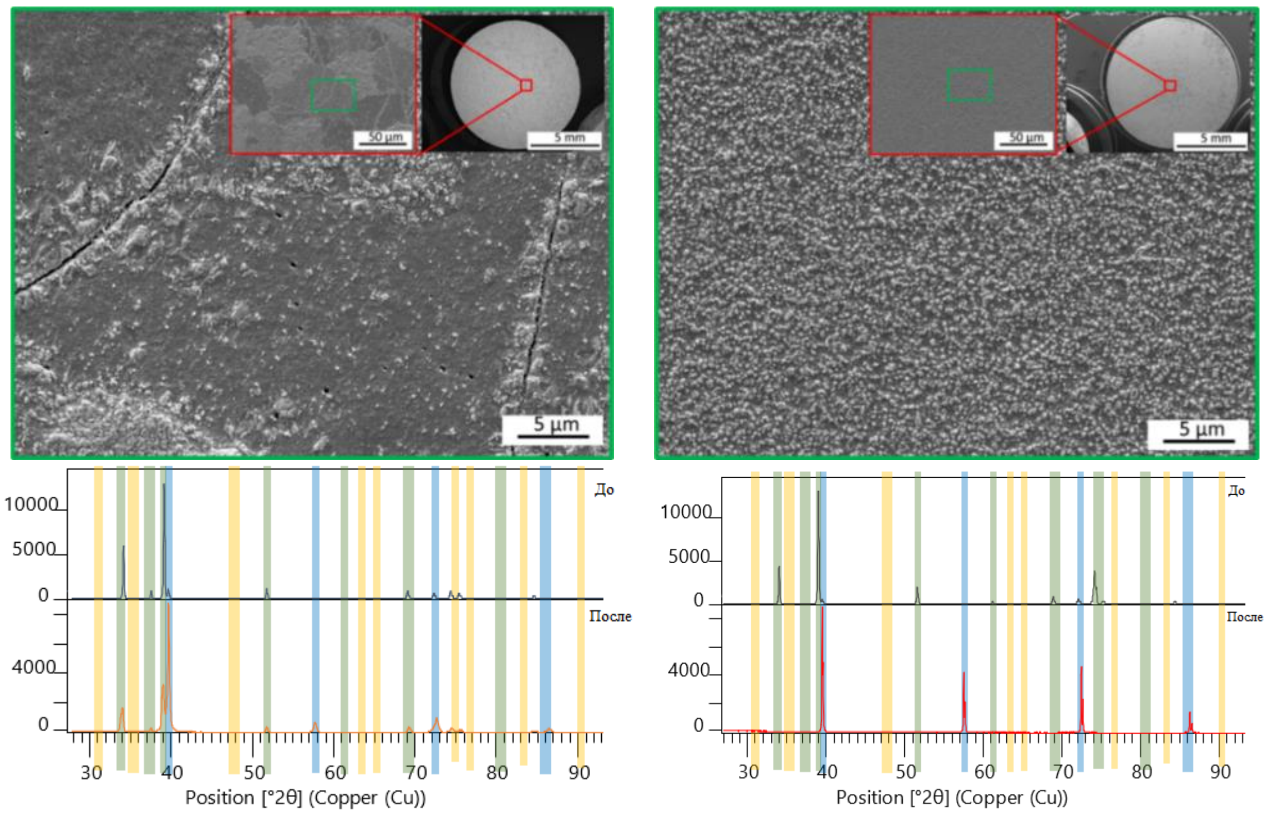


б) WC-4 (~1750 °C)

Рисунок 40 – Микроструктура и фазовый состав поверхности вольфрама с карбидным слоем на основе WC после воздействия гелиевой плазмой (желтым цветом пики фазы WC, зеленым – W_2C, голубым – W)

Анализ результатов показал, что микроструктура образцов характеризуются развитой морфологией схожей с образцом без карбидного слоя, который облучался при ~1750 °С. Однако в случае образцов с карбидным слоем размеры отверстии на поверхности с образованием бугорков и впадин существенно меньше. При этом поверхность образца с карбидным слоем, облученного при ~905 °С, имеет аналогичный характер, как и образец W-2, где все еще наблюдается зеренная структура. Поверхность образца WC-4, как видно из рисунка 38б, полностью потерял характерную зеренную структуру, то есть увеличение температуры привело к полному преодолению ориентационной зависимости зерен.

В случае образцов с карбидным слоем из полукарбида вольфрама (рисунок 39а, б) видна схожая картина с образцом W-1, но без образования микронных гелиевых пузырей, что указывает на высокое сопротивление к коалесценции пузырей и ограничение их миграции. Очевидно, что коалесценция пузырей гелия играют существенную роль в формировании такой своеобразной структуры. Однако, в случае образца W_2C-6 мы наблюдаем высокую концентрацию и равномерное распределение гелиевых пузырей, тогда как на поверхности образца W_2C-5 такие пузыри хаотоично расположены в меньшем количестве.



а) W_2C-5 (~905 °С) б) W_2C-6 (~1750 °С)

Рисунок 41 – Микроструктура и фазовый состав поверхности вольфрама с карбидным слое на основе W_2C после воздействия гелиевой плазмой (желтым цветом пики фазы WC, зеленым – W_2C, голубым – W)

Воздействие гелиевой плазмы на вольфрам с карбидным слоем при температуре 905 °С привело к частичному распылению карбидных слоя, о чем свидетельствует снижение пиков WC, W_2C и появление пиков W. После воздействия гелиевой плазмы при температуре 1750 °С наблюдаются только пики, принадлежащие W. Это можно объяснить сложностью идентификации типа карбидных фаз, так как дифрактограммы несут информацию о структурном состоянии материала толщиной ~1,6 мкм (при угле 2θ ~40°) до ~4,2 мкм (при угле 2θ ~ 90°). Это указывает на то, что толщина карбидного слоя не превышает 4 мкм и при высокой температуре облучения происходит его распыление.

5.7 Изменение свойств вольфрама с карбидным слоем в результате облучения гелиевой плазмой

Микроструктура поверхности образцов с карбидным слоем на основе W_2C после воздействия гелиевой плазмой при различных температурах имеют схожую морфологию. Результаты анализа величин зерен и их количество после плазменного облучения представлены на рисунке 42 в виде гистограмм распределения условных размеров зерен в баллах. В таблице 11 меньшее значение номера зерна соответствует большему размеру зерна, а большее значение – меньшему размеру зерна.

Таблица 11 – Соотношение размеров зерен, рассчитанное для однородных, случайно ориентированных равноосных зерен.

Балл зерна	0	…	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5
Ср.диаметр	359,2	…	75,5	63,5	53,4	44,9	37,8	31,8	26,7	22,5	18,9
Балл зерна	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0
Ср.диаметр	15,9	13,3	11,2	9,4	7,9	6,7	5,6	4,7	4,0	3,3	2,8

Согласно проведенному сравнительному анализу с образцом исходного вольфрама, выявлено, что образцам с карбидным слоем на основе W_2C характерно лишь незначительное уменьшение размеров зерен. Однако стоит отметить, что на поверхности всех образцов с карбидным слоем, подвергавшихся облучению при температуре около ~905 °С, наблюдается явное присутствие большого количества сети трещин.

Эти трещины могут играть ключевую роль в механических и термических свойствах материала, а также в его стойкости к воздействию различных факторов. Дальнейшие исследования направлены на более глубокое понимание физических процессов, происходящих во время плазменного облучения вольфрама с приповерхностным карбидным слоем, чтобы лучше определить оптимальные условия для поддержания структуры материала на нужном уровне прочности и устойчивости к внешним повреждающим факторам.

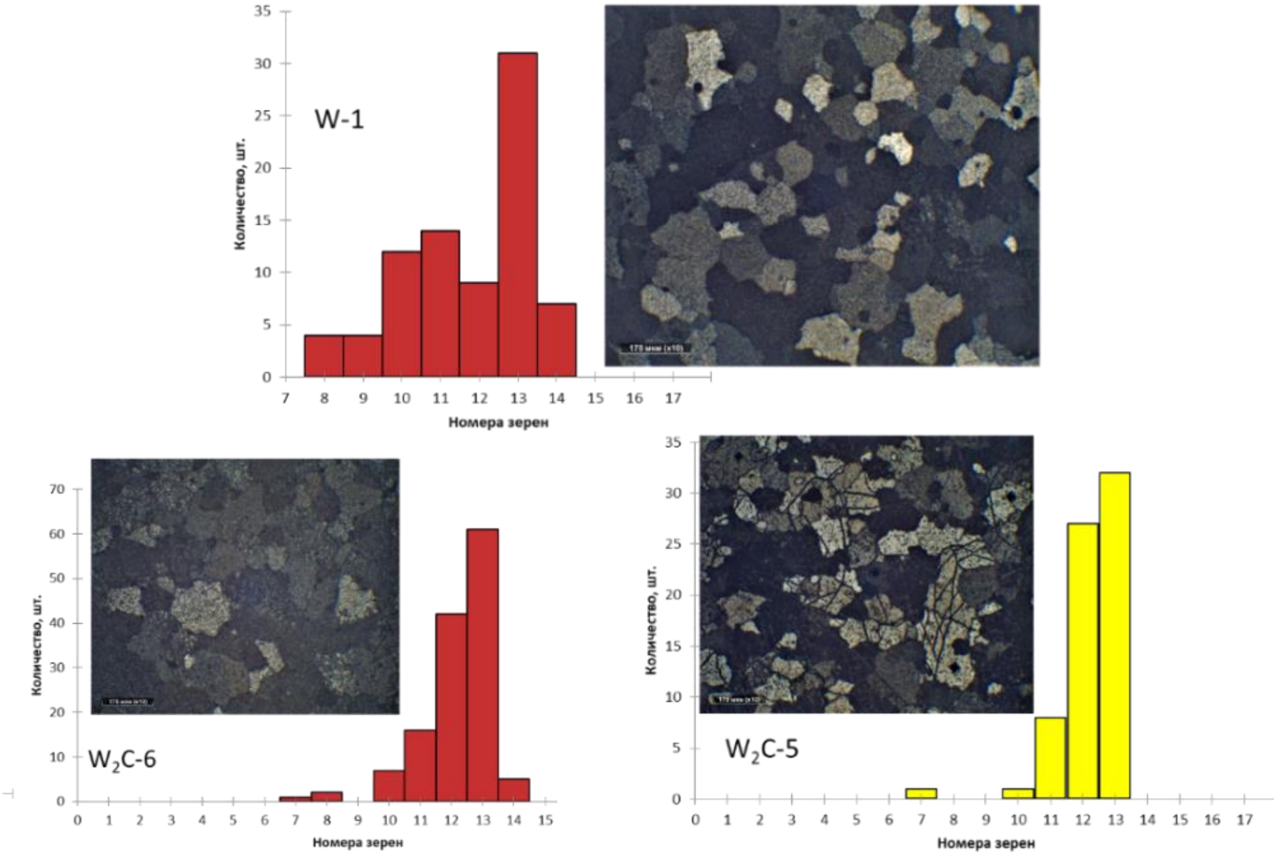


Рисунок 42 – Микроструктуры и гистограммы количества зерен на каждый номер зерна после плазменного облучения

При высоких тепловых воздействиях температура тонкого слоя вольфрама повышается, что приводит к его тепловому расширению и возникновению сжимающих напряжений в поверхностном слое. При этом происходит деформация материала и при превышении температуры хрупко-вязкого перехода часть ее становится пластической, что приводит к увеличению шероховатости поверхности.

В нашем случае карбидный слой обладает более низкой теплопроводностью, чем вольфрамовая подложка. Значительный градиент температур, возникающий между карбидным слоем и основной вольфрамовой подложкой в процессе его принудительного остывания приводит к появлению сжимающих напряжений в карбидном слое. С достижением температуры перехода хрупкости в пластичность, вместе с преобладанием пластической деформации наблюдается увеличение шероховатости поверхности образцов. В процессе охлаждения, когда температура становится одинаковой во всем объеме образца, возникают растягивающие напряжения. Если эти остаточные напряжения превышают порог прочности вольфрама, происходит растрескивание его поверхности. Когда появляется сеть трещин, вдоль поверхности вблизи трещин высвобождаются напряжения. Особо характерно данное явление для образца W_2C-5, где наблюдается высокая концентрация сеток трещин.

Измерение шероховатости было проведено на облученной поверхности от края до диаметрально противоположной стороны. На рисунке 43 приведены сравнительные результаты измерения шероховатости поверхности вольфрамовых образцов после облучения гелиевой плазмой. Полученные результаты согласуются с вышеописанными результатами исследования макроструктуры.

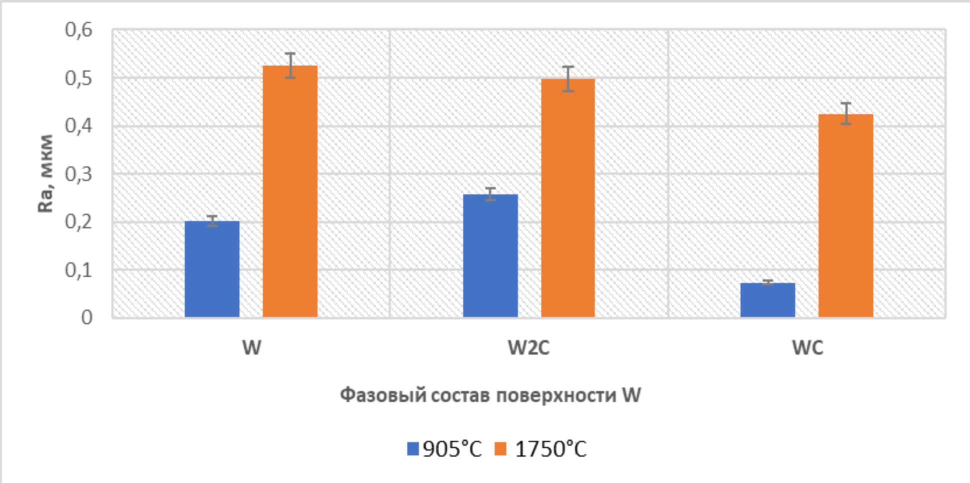


Рисунок 43 – Шероховатость поверхности образцов вольфрама после облучения гелиевой плазмой в зависимости от режимов облучения и вида карбидного слоя

Анализ результатов показал, что в зависимости от вида карбидного слоя значения шероховатости сильно различаются. Плазменное облучение при температуре ~1750 °C приводит к более высокой модификации рельефа поверхности образцов. При этом развитая морфология поверхности характерна для всех образцов, и лишь незначительно различается в зависимости от исходной. Для образцов с карбидным слоем WC, в которых обнаружена значительная модификация поверхности, характерна более гладкая поверхность. Таким образом, согласно рисунку 10 при температуре облучения 905 °C карбидный слой может выступать виде защитного барьерного покрытия в процессе облучения гелиевой плазмой, однако увеличение температуры очевидно приводит к разрушению барьерного слоя.

Вероятнее всего от воздействия высоких нагрузок, как уже отмечалось, углерод и фазы полностью распыляются или диффундируют в глубь образца. Одним из основных факторов сопротивления поверхности вольфрама к гелиевому воздействию является время, которое необходимо для распада карбидного слоя. По-видимому, с увеличением температуры облучения карбидный слой на основе W_2C распадается при более коротких промежутках времени, что приводит к более развитой поврежденной поверхности. Однако, чтобы подтвердить данное утверждение и в последующем определить механизмы благотворного влияния данного слоя на поверхность вольфрама при облучениях необходимо проведения экспериментов с более меньшей длительностью воздействия гелиевой плазмой. Более того, подобный набор статистики необходим и для образцов вольфрама с карбидным слоем на основе WC, так как и тут остается открытым вопрос слабого сопротивления поверхности к воздействию гелиевой плазмой по сравнению с чистым вольфрамом.

5.8 Накопление гелия в вольфраме с приповерхностным карбидным слоем

Для подтверждения накопления гелия в приповерхностном слое вольфрама с карбидным слоем были проведены эксперименты по термодессорбции. Целью проведения ТДС экспериментов являлось получение временных зависимостей изменения парциальных давлений газа в вакуумной камере установки ВИКА в результате газовыделения из образцов вольфрама в процессе линейного нагрева исследуемого образца и установить накопление гелия в приповерхностном слое вольфрама с карбидным слоем.

ТДС-эксперименты проводились на экспериментальной установке ВИКА, позволяющей проводить эксперименты по исследованию газовыделения из различных материалов методом температурно-программируемой десорбции в интервале температур от 300 до 1800 К (Рисунок 44).

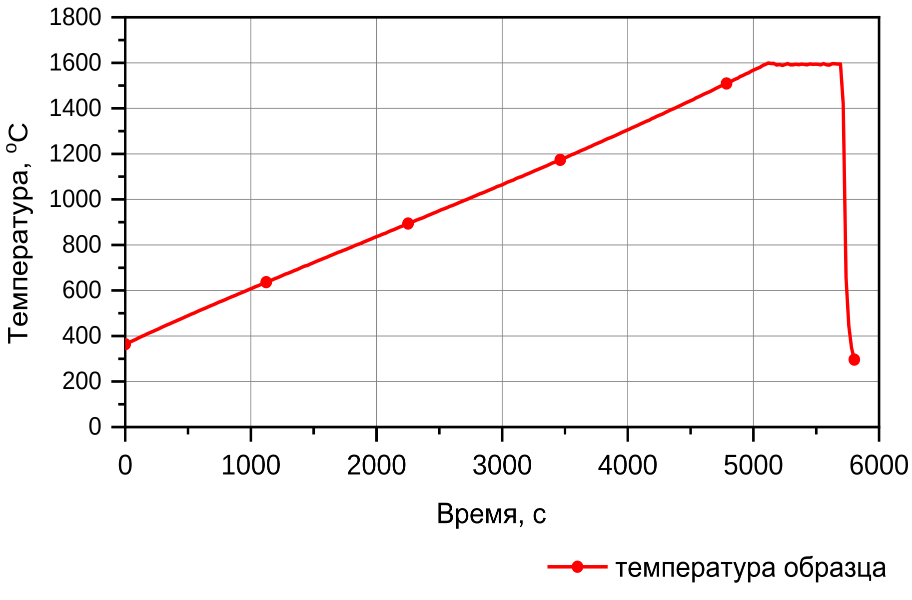


Рисунок 44 – График нагрева образца при ТДС эксперименте

Изменение парциального давления газов в рабочей камере при нагреве исследуемого образца непрерывно регистрируется квадрупольным масс-спектрометром RGA-100, имеющим свое программное обеспечение.

На рисунке 45 представлен график временных зависимостей газовыделения молекул различных газов из образца вольфрама с карбидным слоем во время эксперимента.

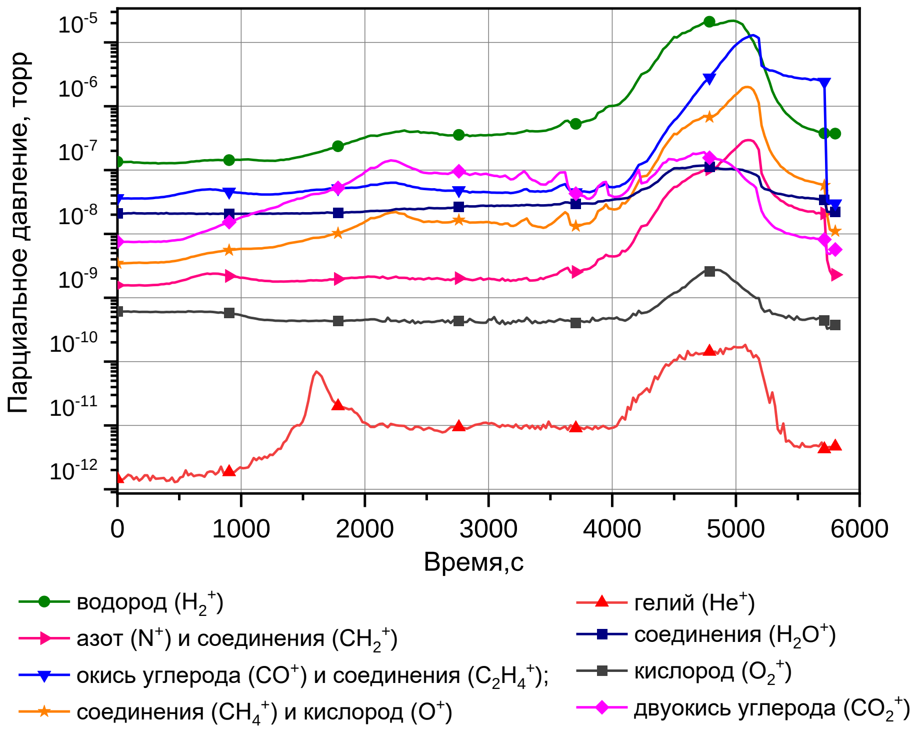


Рисунок 45 – Газовыделение из образца вольфрама WC-4 с карбидным слоем

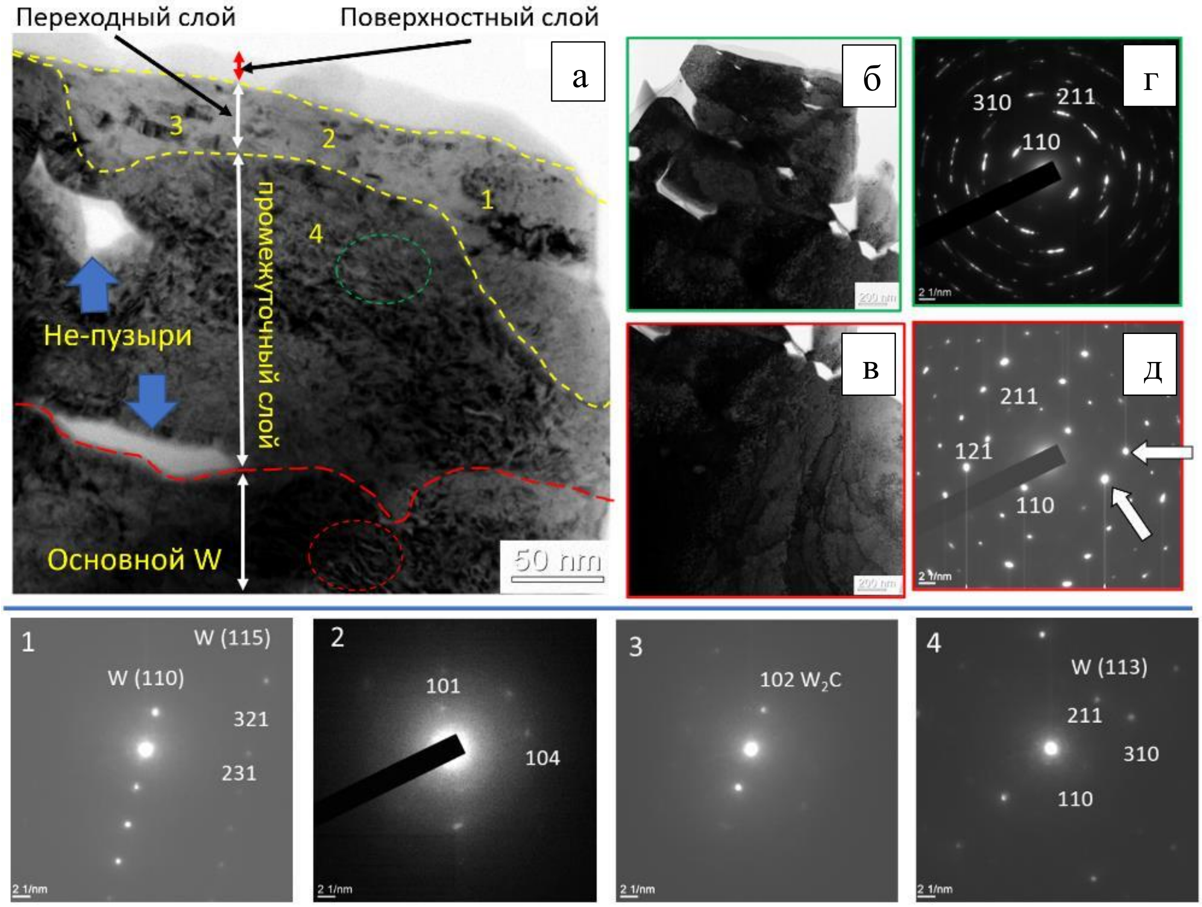
По результатам экспериментальных исследований установлен выход гелия (линия M4), который подтверждает накопление газовых пузырей в приповерхностном слое материала. Гелий в металлах практически не растворим, что наблюдается низкими пиками выхода газа в результатах ТДС-анализа.

Поскольку He не растворим в вольфраме, он имеет тенденцию к агломерации на ранее существовавших дефектах (вакансиях, границах зерен), но теоретически он также может самозахватываться (иммобилизоваться на ранее существовавшей вакансии).

5.9 Исследование тонкой структуры вольфрама с приповерхностным карбидным слоем после облучения гелиевой плазмой

Изучение тонкой структуры после облучения гелиевой плазмой образца W_2C-5, позволили выявить образования четырех слоев по глубине: поверхностный слой (≈25 нм); переходной тонкий (≈50 нм) слой, имеющий нанокристаллическую многослойную структуру (рисунок 46); промежуточный слой, имеющий субмикрокристаллическую структуру с размером кристаллитов, изменяющимся в пределах от 150 нм до 250 нм; основной объем образца (рисунок 46 а). Между промежуточным слоем и основным объемом образца обнаружено наличие полостей, которые являются скоплением гелия. Следует отметить, что форма обнаруженных в работе гелиевых полостей в отличие от известных в литературных источниках имеют более развитую морфологию и характеризуются многогранной формой.

Анализ микроэлектронограмм образца W_2C-5 после облучения гелиевой плазмой, представленных на рисунке 46а-б (отмечены зеленым), дает основание заключить, что данный слой фольги сформирован кристаллитами вольфрама. Микроэлектронограмма, полученная с отмеченной области, имеет квазикольцевое строение, что обусловлено, с одной стороны, субмикронным размером кристаллитов, формирующих данный слой, и, с другой стороны, большим размером селекторной диафрагмы. Используя малый размер селекторной диафрагмы, было определено, что формирующие данный слой кристаллиты являются монокристаллами. Анализ при высоком увеличении показал субзеренную структуру в промежуточном слое и основной вольфрамовой матрице образца (рисунок 46 б, в). Радиальные тяжи на рефлексах (рисунок 46 г, д) подтверждают о присутствии субзеренной структуры с малоугловой разориентацией субзерен.



а – светлое поле; 1–4 – (красная и зеленая области) – микроэлектронограммы, полученные с указанных участков числами 1–4, соответственно. Участки: №1 – W; №2 – W + W_2C; №3 – W + W_2C; №4 – W. Зеленая граница, рефлекс [110]W (ОЦК решетка, a = 0,3158 нм). Красная граница, рефлекс [211]W (плоскость типа 113)

Рисунок 46 – Электронно-микроскопическое изображение наноструктурного поверхностного слоя образца W_2C-5

Сложности возникли при микродифракционном анализе нанокристаллического переходного слоя (≈50 нм). Микроэлектронограммы этой области имели кольцевое строение. При этом каждое дифракционное кольцо может быть представлено наложением нескольких дифракционных колец с близкими межплоскостными расстояниями. Последнее может означать присутствие в поверхностном слое одновременно некоторого количества фаз, либо наличие одной фазы, имеющей переменный параметр кристаллической решетки, что позволяет предполагать присутствие в данном слое другой фазы кроме W.

Для решения возникшей проблемы с неоднозначностью определения фазового состава были получены электронограммы с наноразмерных участков фольги с поверхностного слоя, указанных на рисунке 46 числами. Анализ электронограмм позволил выявить рефлексы вольфрама и карбида вольфрама состава W_2C. Таким образом, поверхностный слой имеет многофазное нанокристаллическое строение.

5.10 Выводы по пятой главе

Таким образом, на основе анализа полученных результатов, сделан ряд выводов о влиянии приповерхностного карбидного слоя на взаимодействие гелиевой плазмы с вольфрамом.

Эксперименты по воздействию гелиевой плазмы на поверхность вольфрама и вольфрама с карбидным слоем проведены при температурах ~905 °С и ~1750 °С. Произведена оценка концентрации, электронной температуры, потока ионов и флюенса ионов гелия при облучении вольфрама. Флюенс ионов при облучении составил $7{,}48\cdot10^{25}\div8{,}26\cdot10^{25}$ ион/м^2, что соответствует ожидаемым эксплуатационным параметрам в ИТЭР.

Облучение поверхности вольфрама с энергией ионов 2 кэВ привело к сильному повреждению поверхности вольфрама и распылению. Установлена зависимость изменения шероховатости поверхности вольфрама от карбидного слоя и температуры облучения. При высокой температуре облучения наблюдается существенная модификация поверхности образцов.

Установлено, что приповерхностный карбидный слой на основе WC, согласно полученным результатам, имеет слабое сопротивление повреждению гелиевой плазмой, чем исходный вольфрам и вольфрам с карбидным слоем W_2C. Увеличение температуры плазменного воздействия приводит к более сильному повреждению поверхности и образованию оплавленных и рекристаллизованных выступов. Выявлено что, приповерхностный слой из карбида вольфрама на основе W_2C имеет высокое сопротивление гелиевому воздействию, которое сохраняется даже при температуре воздействия 1750 °С.

Проведенный анализ также подчеркивает важность учета температурных параметров при плазменном воздействии на образцы с карбидным слоем. Результаты указывают на тот факт, что при более высоких температурах происходит не только уменьшение размеров зерен, но и образование обширной сети трещин на поверхности материала. Сравнительно низкая теплопроводность поверхностного карбидного слоя относительно самой вольфрамовой подложки привела к появлению сжимающих напряжений в карбидном слое. Это объясняется тем, что при достижении температуры перехода хрупкости в пластичность, вместе с преобладанием пластической деформации наблюдается увеличение шероховатости поверхности образцов. В процессе охлаждения вольфрама возникают растягивающие напряжения, которые в случае превышения предела прочности вольфрама и могут привести к растрескиванию его поверхности. Появление сети трещин на поверхности образцов с карбидным слоем, особенно на образце W_2C-5, связано с высвобождением напряжений вдоль поверхности вблизи трещин.

Согласно результатам микроструктурного анализа установлено, что карбидный слой отрицательно влияет на свойства поверхности вольфрама, ускоряя образование коралловой структуры при низких температурах облучения и приводит к существенным изменениям морфологии поверхности вольфрама. Отмечено, что на поверхности образцов вольфрама с карбидным слоем наблюдается схожая морфология с исходной поверхности вольфрама в результате облучения, но существенно меньшие размеры пор на поверхности. При повышении температуры, наблюдается потеря зеренной структуры и полное преодоление ориентационной зависимости зерен. В случае образцов с полукарбидом вольфрама, миграция и коалесценция пузырей гелия играют существенную роль в формировании структуры.

Установлено, что пузырьки He образуются в карбидном слое при воздействии плазмы при низкой температуре. Это связано с тем, что при низкой температуре облучения существенного разрушения карбидного слоя не происходит, следовательно при воздействии гелиевой плазмы, образование пузырей преимущественно локализовано на границе раздела вольфрама и приповерхностного карбидного слоя. Промежуточный слой имеет субзеренную структуру с малоугловой разориентацией границ. Обнаружение наличия гелиевых пузырьков в самом вольфраме указывает на разрушение карбидного слоя, и тем самым их образование происходит в самой матрице вольфрама при высокой температуре плазменного облучения. Результаты ТДС-анализа подтверждают накопление He в приповерхностном слое и проникновение газа имеет диффузионный характер. Таким образом, необходимо отметить, что исследование влияние карбидного слоя на процессы взаимодействия гелиевой плазмы с вольфрамом позволило выявить механизмы образования гелиевых пузырей и изменения морфологии поверхности. Физический механизм образования гелиевых пузырьков заключается в захвате атомов гелия тепловыми вакансиями, генерируемыми при высокой температуре поверхности материала. Однако, при высокой температуре облучения 1750 °C образование пузырьков не наблюдалось и поверхность образца имеет развитую коралловидную структуру с кристаллографический ориентированными зернами. Это свидетельствует об эволюции морфологии поверхности, вызванной образованием пузырьков гелия, верхняя часть которых разрушается, образуя пустоты или отверстия. В результате реализации данных исследований получены новые данные о процессах, происходящих на поверхности вольфрама с карбидным слоем при воздействии на нее гелиевой плазмой.

Изучение тонкой структуры вольфрама с приповерхностным карбидным слоем после облучения гелиевой плазмой позволило выявить четыре слоя:

поверхностный, переходной тонкий, промежуточный и основной объем вольфрама. Установлена диффузия углерода вглубь образца. Обнаружено наличие полостей между промежуточным слоем и основным объемом, которые являются скоплением гелиевых пузырьков. Гелиевые полости имеют более развитую многогранную морфологию, чем описано в литературе. Обнаружена субзеренная структура в промежуточном слое и основной вольфрамовой матрице образца, подтвержденная радиальными тяжами на рефлексах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

По результатам проведенных серии экспериментов и комплекса материаловедческих исследований в рамках диссертационной работы сделаны следующие выводы:

1) разработана расчетная модель температурного поля вольфрамового моноблока с карбидным слоем. Установлено, что приповерхностный карбидный слой влияет на распределение температурного поля в вольфраме, которая выражается в снижении температуры нагрева плазмо-обращенной поверхности материала. Определено, что тепловая нагрузка на обращенную к плазме сторону вольфрамовой поверхности 10 МВт/м^2 и 20 МВт/м^2 соответствует 905 °С и 1750 °С.

2) разработан способ высокой тепловой нагрузки на вольфрам с карбидным слоем, суть которого заключается в высокотемпературном отжиге материала методом электронно-лучевого воздействия в вакуумной и газовой среде на ППУ. Способ высокотемпературного воздействия с использованием электронного пучка позволяет проведение длительного нагрева материала в условиях высокого вакуума и газовой среды, в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С и скорости нагрева от 10 °С/с до 500 °С/с в течении нескольких десятков часов. Благодаря этому достигнута высокая температура облучения до 1750 °С и длительность воздействия до 3600 с, при сохранении контролируемого вакуумного и температурного режима.

3) установлены закономерности влияния высокой тепловой нагрузки на структурное состояние и свойства приповерхностного карбидного слоя вольфрама. Выявлено, что при температуре 905 °С структура вольфрама с карбидным слоем стабильна, но при повышении температуры до 1750°С приводит к деградации поверхностной структуры с образованием трещин и вторичных выделений. При тепловой нагрузке при температуре 905 °С образцы вольфрама с карбидным слоем проявляют высокую стойкость к эрозии. Однако, при увеличении мощности тепловой нагрузки, происходит снижение микротвердости вольфрама и изменения в структурно-фазовом состоянии материала. Результаты рентгенофазового анализа показывают, что при тепловой нагрузке высокой мощности (q=20 МВт/м^2) фаза монокарбида вольфрама практически исчезает, а фаза полукарбида становится более интенсивной. Эти изменения в фазовом составе могут влиять на свойства материала и его устойчивость.

4) исследованы изменения структурного состояния и свойств приповерхностного карбидного слоя вольфрама при высокотемпературном облучении гелиевой плазмой. При облучении высокотемпературной гелиевой плазмой поверхности вольфрама с карбидным приповерхностным слоем установлено, что слой из карбида вольфрама на основе WC имеет более слабое сопротивление повреждению гелиевой плазмой, чем исходный вольфрам и вольфрам с карбидным слоем W_2C. Увеличение температуры плазменного воздействия приводит к более сильному повреждению поверхности и

образованию оплавленных и рекристаллизованных выступов. Слой из карбида вольфрама на основе W_2C демонстрирует высокое сопротивление гелиевому воздействию, которая сохраняется даже с увеличением температуры воздействия. В соответствии с результатами исследований тонкой структуры поверхностного слоя вольфрама установлена диффузия углерода вглубь образца по границам раздела. Обнаружение наличия гелиевых пузырьков в самом вольфраме указывает на разрушение карбидного слоя, и тем самым их образование происходит в самой матрице вольфрама при высокой температуре плазменного облучения. Определен механизм образования гелиевых пузырьков и изменения морфологии поверхности. Физический механизм образования гелиевых пузырей заключается в захвате атомов гелия тепловыми вакансиями, генерируемыми при высокой температуре поверхности материала. Однако при высокой температуре облучения 1750 °C образование пузырьков не наблюдалось и поверхность образца имеет развитую коралловидную структуру с кристаллографически ориентированными зернами. Это свидетельствует об эволюции морфологии поверхности, вызванной образованием пузырьков гелия, верхняя часть которых разрушается, образуя пустоты и отверстия.

В заключении исследования необходимо отметить, что проведенные эксперименты и анализ результатов позволили получить важные выводы относительно влияния тепловой нагрузки, плазменного облучения и приповерхностного карбидного слоя на свойства плазмообращенной поверхности вольфрама. Эти слои стимулируют образование коралловидной структуры при низких температурах облучения и вызывают значительные изменения морфологии поверхности. Проведенные исследования расширяют понимание влияния тепловых и плазменных процессов на свойства и структуру плазмообращенной поверхности вольфрама. Полученные данные будут полезны для разработки новых методов обработки и защиты материалов в условиях высоких тепловых и плазменных нагрузок. Полученный патент на изобретение подтверждает важность исследований и их практическую ценность для современных технологий.

Исследование взаимодействия плазмы с поверхностью материалов имеет большое практическое значение для разработки новых материалов и поверхностных покрытий, выдерживающих экстремальные условия в различных сферах техники. Однако, проведение таких исследований требует использования сложного оборудования и высокотехнологичных методов анализа. Полученные результаты позволяют лучше понимать механизмы взаимодействия плазмы с поверхностью материалов и оптимизировать процессы обработки для получения материалов с желаемыми свойствами.

Оценка полноты решения поставленных задач

Все поставленные задачи диссертационной работы решены в полном объеме. Экспериментальные работы выполнены совместно со специалистами в области темы диссертационной работы, анализ полученных результатов проведен совместно с научными консультантами. Полученные результаты и выводы не противоречат основным положениям физики конденсированного состояния и технической физики, и апробированы на международных конференциях и опубликованы в рейтинговых изданиях.

Рекомендации по использованию результатов диссертационной работы

Разработанный способ по высокотемпературному испытанию вольфрама на плазменно-пучковой установке (приложения А), а также предложенные методики и рекомендации (приложение Б) успешно применяются в Национальном ядерном центре Республики Казахстан при выполнении научно-исследовательских работ по теме: 02.01. «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама» раздела 02. «Разработка и экспериментальное обоснование инновационных технологий для создания термоядерного реактора» в 2021-23 г.г. (Госрегистрация №0115РК02433) в рамках Республиканской бюджетной программы (приложение В).

Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс и используются при подготовке бакалавров и магистрантов по направлению «Техническая физика» (приложение Г).

Одним из возможных дополнительных направлений исследования является изучение влияния других факторов на формирование пузырьков гелия в приповерхностных карбидных слоях вольфрама, таких как температура и флюенс плазменного облучения, состав ионной бомбардировки и т.д. Также можно рассмотреть вопросы моделирования этих процессов с помощью компьютерных методов, что позволит более глубоко понять механизмы образования пузырьков и разработать более эффективные методы их предотвращения.

Таким образом, исследование высокотемпературного облучения и взаимодействия плазмы с приповерхностным карбидным слоем вольфрама является важным направлением в междисциплинарной науке, объединяющей физику, химию и материаловедение. Это позволяет получить новые знания о взаимодействии материалов с плазмой и развивать новые материалы и технологии, которые будут отвечать современным требованиям науки и промышленности.

Оценка научного уровня диссертационной работы

Высокий научно-технический уровень результатов диссертационной работы обеспечивается применением хорошо апробированных экспериментальных методов и методик исследования, большим количеством экспериментальных данных и их статистической обработкой. Основные результаты диссертации опубликованы в журналах, рекомендованных КОКНВО МНВО РК, а также в рецензируемых зарубежных научных журналах, входящих в базу данных компаний Thomson Reuters и Scopus, и в сборниках материалов международных и отечественных конференций. Получен патент на изобретение РГП НИИС.

В заключении автор выражает огромную благодарность научным консультантам: главному научному сотруднику отдела бюджетных программ и подготовки кадров НЯЦ РК, доктору физико-математических наук, профессору Скакову Мажын Канапиновичу и доктору технических наук, профессору

Отделения экспериментальной физики Инженерной школы ядерных технологий ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» Градобоеву Александру Васильевичу, за помощь и поддержку при подготовке диссертационной работы, а также учитывая большой объем выполненных экспериментальных работ на базе филиала «ИАЭ» РГП НЯЦ РК, в особенности сотрудникам Соколову И.А., Туленбергенову Т.Р., Кожахметову Е.А., Жанболатовой Г.К., Сапатаеву Е.Е,, Букиной О.С., Гордиенко Ю.Н., и Мартыненко Е.А. за помощь и рекомендации в реализации идеи по разработке способа высокотемпературного отжига на плазменно-пучковой установке, проведении экспериментов и обсуждении полученных данных.

Автор благодарит сотрудников кафедры «Технической физики и теплоэнергетики НАО «Университет имени Шакарима города Семей» за поддержку и помощь на протяжении всего обучения в докторантуре.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Bolt H., Barabash V. Materials for the plasma–facing components of fusion reactors // Journal of Nuclear Materials. –2004. – Vol. 329–333. –P. 66–73.
2. Pintsuk G. Tungsten as a plasma–facing material // Comprehensive Nuclear Materials. Volume 4, 2012, Pages 551-581 –2012. –P.551–581. DOI: 10.1016/B978-0-08-056033-5.00118-X
3. European prototypes for ITER Divertor Cassette completed. https://f4e.europa.eu/mediacorner/newsview.aspx?content=1233.
4. X. Bonnin, R.A. Pitts, V. Komarov, F. Escourbiac, M. Merola, et al. ITER divertor plasma response to time–dependent impurity injection // Nuclear Materials and Energy. –2017. –Vol.12. –P. 1100–1105.
5. Pitts R.A. Physics conclusions in support of ITER W divertor monoblock shaping // Nuclear Materials and Energy. –2017. –Vol.12. –P.60–74.
6. Ready the first component of the ITER divertor made in Italy. https://www2.enea.it/en/news–enea/news/research–the–first–component–of–the–iter–divertor–made–in–italy. Дата обращения 15.09.2022 г.
7. Ezato K. Development of tungsten divertor components for ITER in Japan // Fusion Engineering and Design. –2018. –Vol.136. –P.683–689.
8. Hirai T., Escourbiac F. Design optimization of the ITER tungsten divertor vertical targets // Fusion Engineering and Design. –2018. –Vol.127. –P.66–72.
9. Pascal Ribot S., Saroli A.F., Grandotto M., Spits P., Escorbiac F. 3D numerical simulations of hypervapotron cooling concept // Fusion Engineering and Design. –2007. –Vol.82. –P.1781–1785.
10. Milnes J., Drikakis D. Qualitative assessment of RANS models for hypervapotron flow and heat transfer // Fusion Engineering and Design. –2009. –Vol.84. –P.1305–1312.
11. Лабусов А.Н., Хохлов М.В., Панов В.С., Маханьков А.Н., Гордиенко М.В., Миронов И.А. Прочность центральной сборки дивертора с полностью вольфрамовой облицовкой для реактора–токамака ИТЭР // Инновационные проекты и технологии ядерной энергетики. Сборник тезисов. –2018. –С.206.
12. Rieth M., Doerner R., Hasegawa A., Ueda Y., Wirtz M. Behavior of tungsten under irradiation and plasma interaction // Journal of Nuclear Materials. – 2019. – Vol.519. – P.334–68.
13. Pitts R.A., Bonnin X., Escourbiac F., Frerichs H., Gunn J.P., Hirai T., Kukushkin A.S., Kaveeva E., Miller M.A., Moulton D., Rozhansky V., Senichenkov I., Sytova E., Schmitz O., Stangeby P.C., De Temmerman G., Veselova I., Wiesen S. Physics basis for the first ITER tungsten divertor // Nuclear Materials and Energy. – 2019. – Vol. 20. – P.100696. – https://doi.org/10.1016/j.nme.2019.100696
14. Abdulkarimova R., Murado, A., Mukashev K., Yar–Mukhamedova G., Japashov N. Modification of Macromolecules of Polyimide Films by Electron Irradiation // Polymers. –2023. –Vol.15(9). –P.2223. –https://doi.org/10.3390/polym15092223

15. Ueda Y., Schmid K., Balden M., Coenen J.W., Loewenhoff Th., Ito A., Hasegawa A., Hardie C., Porton M., Gilbert M. Baseline high heat flux and plasma facing materials for fusion // Nuclear Fusion. –2017. –Vol.57(9). –P.092006.

16. Oude Vrielink M.A., Dommelen J.A.W., Geers M.G.D. Multi–scale fracture probability analysis of tungsten monoblocks under fusion conditions // Nuclear Materials and Energy. –2021. –Vol.28. –P.101032. – https://doi.org/10.1016/j.nme.2021.101032

17. Pintsuk G., Missirlianb M., Luo G.N., Li Q., Wang W., Guilhem D., Bucalossi J. High heat flux testing of newly developed tungsten components for WEST // Fusion Engineering and Design. –2021. –Vol.173, –P.112835.

18. Loarte A., Huijsmans G., Futatani S., Baylor L.R., Evans T.E., Orlov D. M., Schmitz O., Becoulet M., Cahyna P., Gribov Y. Progress on the application of ELM control schemes to ITER scenarios from the non–active phase to DT operation // Nuclear Fusion. –2014. –Vol.54, –P. 033007.

19. Pintsuk G., Hasegawa A., Tungsten as a plasma–facing material. – Comprehensive Nuclear Materials (Second Edition). Volume 6, 2020, P. 19-53

20. Skakov M., Batyrbekov E., Sokolov I., Miniyazov A., Tulenbergenov T., Sapataev Y., Orazgaliyev N., Bukina O., Zhanbolatova G., Kozhakhmetov Y. Influence of Hydrogen Plasma on the Surface Structure of Beryllium // Materials. –2022. –Vol.15(18). –№ 6340 –P.15186340.

21. Skakov M.K., Sokolov I.A., Miniyazov A.Zh., Tulenbergenov T.R., Sapatayev Ye.Ye., Orazgaliyev N.A., Bukina O.S. Changes in structure of the surface and edges of beryllium plates as a result of thermal cycling tests // Fusion Engineering and Design. –2022. –Vol.183. –P.113251

22. Yar–Mukhamedova G., Ved' M., Yermolenko I., Karakurkchi A., Kemelzhanova A. Effect of electrodeposition parameters on the composition and surface topography of nanostructured coatings by tungsten with iron and cobalt // Eurasian Chemico–Technological Journal. –2020. – Vol.22(1). –C. 19–25.

23. Takamura S., Ohno N., Nishijima D., Kajita S. Formation of Nanostructured Tungsten with Arborescent Shape due to Helium Plasma Irradiation // Science and Nuclear Fusion Research. –2006. –Vol.1051. –P.0511–0512.

24. Rakhadilov B.K., Tabiyeva Y.Y., Uazyrkhanova G.K., Zhurerova L.G., Baizhan D. Influence of electrolytic–plasma surface quenching on the structure and strength properties of ferritic–pearlite class wheel steel // Eurasian Journal of Physics and Functional Materials. –2020. –Vol.4(2). –P.167–173.

25. Кривченко О.В., Курило Ю.П., Шепелев А.Г. Оптимальный материал для термоядерной энергетики будущего // Вопросы атомной науки и техники. –2011. –№ 6. –С.62–70.

26. Philipps V. Roth J. Loarte A. Key Issues in Plasma–Wall Interactions for ITER: A European Approach // Plasma Physics and Controlled Fusion. –2003. –Vol. 45. –P.17–30.

27. De Temmerman G., Hirai T., Pitts R.A., The influence of plasma–surface interaction on the performance of tungsten at the ITER divertor vertical targets // Plasma Physics and Control. Fusion. –2018. –Vol.60. –P.44018.

28. Alimov V.K., Torikai Y., Hatano Y., Schwarz–Selinger T. Tritium retention in displacement–damaged tungsten exposed to deuterium–tritium gas mixture at elevated temperatures // Fusion Engineering and Design. –2021. –Vol.162. –P.112100.

29. Hirai T., Ezato K., Majerus P. ITER Relevant High Heat Flux Testing on Plasma Facing Surfaces // Materials Transactions. – 2005. – Vol. 46(3). – P. 412–424. – Doi:10.2320/matertrans.46.412.

30. Karakurkchi H.V., Sakhnenko N.D., Korohodska A.N., Stepanova I.I., Zyubanova S.I. Features of Plasma–Electrolyte Synthesis of Heterooxide Nanocomposites on Multicomponent Alloys of Valve Metals // Springer Proceedings in Physics. –2023. –P.123–147.

31. Barabash, V., Peacock A., Fabritsiev S., Kalinin G., Zinkle S., Rowcliffe A., Rensman J.W., Tavassoli A.A., Marmy P., Karditsas P.J., Gillemot F., Akiba M. Materials challenges for ITER – Current status and future activities // Journal of Nuclear Materials. – 2007. – Vol. 367–370. – P. 21–32. – Doi:10.1016/j.jnucmat.2007.03.017.

32. Pitts R.A., Carpentier S., Escourbiac F., Hirai T., Komarov V., Kukushkin A.S., Lisgo S., Loarte A., Merola M., Mitteau R., Raffray A.R., Shimada M., Stangeby P.C. Physics basis and design of the ITER plasma–facing components // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – Vol. 415. – P. S957–S964. – Doi: 10.1016/j.jnucmat.2011.01.114.

33. Будаев В.П. Результаты испытаний вольфрамовых мишеней дивертора при мощных плазменно–тепловых нагрузках, ожидаемых в ИТЭР и токамаках реакторного масштаба // ВАНТ. –2015. –Т.38. № 4. –С. 5–33.

34. Rakhadilov B., Satbayeva Z., Ramankulov S., Shektibayev N., Zhurerova L., Popova N., Uazyrkhanova G., Sagdoldina Z. Change of 0.34Cr–1Ni–Mo–Fe steel dislocation structure in plasma electrolyte hardening // Materials. – 2021. –Vol.14 (8). – P.1928

35. Popova N.A., Nikonenko E.L., Tabieva E.E., Uazyrkhanova G.K. Structure and Phase Composition of Ferriticperlitic Steel Surface after Electrolytic Plasma Quenching // Russian Physics Journal. –2020. –Vol.63. – №5. –P.791–796.

36. Wirth, B. D., Nordlund, K., Whyte, D. G., & Xu, D. (2011). Fusion materials modeling: Challenges and opportunities. // MRS Bulletin, 36, 216-222. https://doi.org/10.1557/mrs.2011.37

37. Khripunov B.I., Gureev V.M., Koidan V.S., Kornienko S.N., Latushkin S.T., Petrov V.B., Ryazanov A.I., Semenov E.V., Stolyarova V.G., Danelyan L.S., Kulikauskas V.S., Zatekin V.V., Unezhev V.N. Study of tungsten as a plasma–facing material for a fusion reactor // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol. 438. –P.63–67.

38. Behrisch, Rainer, Wolfgang Eckstein. Sputtering by Particle Bombardment, Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies. // Book Chemical Sputtering by Wolfgang Jacob and Joachim Roth. Springer, Berlin 2007, P. 329 - 400.

39. Мартыненко Ю.В. Теория блистеринга. Препринт ИАЭ–3145, ИАЭ им. И.В.Курчатова, М., 1979.

40. Беграмбеков Л.Б. Процессы в твердом теле под действием ионного и плазменного облучения. –Учебное пособие. – М.: МИФИ, 2008. – 196 с.

41. Xiang Y. Evolution of bubble in tungsten irradiated by deuterium of low energy and high flux by molecular dynamics simulations // Applied Surface Science. – 2022. –Vol.606. –154715.

42. Xu H.Y., Zhang Y.B.,Yuan Y, Fu B.Q., Godfrey A., De Temmerman G., Liu W, Huang X. Observations of orientation dependence of surface morphology in tungsten implanted by low energy and high flux D plasma // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol.443. –P.452–457.

43. Jia Y.Z., Liu W., Xu B., Qu S.L., Subsurface deuterium bubble formation in W due to low–energy high flux deuterium plasma exposure // Nuclear Fusion. –2017. –Vol.57. –P.034003.

44. Luo G.N., Shu W.M., Nishi M. Incident energy dependence of blistering at tungsten irradiated by low energy high flux deuterium plasma beams // Journal of Nuclear Materials. –2005. –Vol.347. –P.111–117.

45. Buzi L., De Temmerman G., Unterberg B., Reinhart M., Dittmar T., Matveev D., Linsmeier C., Breuer U., Kreter A., Van Oost G. Influence of tungsten microstructure and ion flux on deuterium plasma–induced surface modifications and deuterium retention // Journal of Nuclear Materials. –2015. –Vol.463. –P.320–324.

46. Doerner R.P., Baldwin M.J., Lynch T.C., Yu J.H. Retention in tungsten resulting from extremely high fluence plasma exposure // Nuclear Materials and Energy. –2016. –Vol.3. –P.89–92.

47. Hong–Bo Zhou. Effect of carbon on helium trapping in tungsten: A first–principles investigation // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol.440. –P.338–343.

48. Luthin J., Linsmeier Ch. Carbon films and carbide formation on tungsten // Surface Science. –2000. –Vol.78. –P.454–456.

49. Federici G., Skinneret C.H., Brooks J.N., Coad J.P., Grisolia C., Haasz A.A., Hassanein A., Philipps V., Pitcher C.S., Roth J., Wampler W.R., Whyte D.G. Plasma–material interactions in current tokamaks and their implications for next step fusion reactors // Nuclear Fusion. – 2001. – Vol. 41(12). – P. 1967–2137. – Doi:10.1088/0029–5515/41/12/218.

50. Pitts R.A., Carpentier S., Escourbiac F., Hirai T. A full tungsten divertor for ITER: Physics issues and design status // Journal of Nuclear Materials. – 2013. – Vol.438. –P.S48–S56.

51. Chektybayev B., Zhunisbek S., Tazhibayeva I., Olkhovik D., Batyrbekov E., Zarva D., Korovikov A., Lee A., Pavlov V., Kashikbayev E., Zhaksybayeva A., Duisen A. Overview of the first experiments at KTM tokamak to obtain plasma discharges // Fusion Engineering and Design. –2023. –Vol.194. –P.113847.

52. V.Kh. Alimov, K. Ertl, J. Roth, K. Schmid. Retention of ion-implanted deuterium in tungsten pre-irradiated with carbon ions. // Journal of Nuclear Materials. Volume 282, Issues 2–3, December 2000, P.125-130

53. Shimada T., Kikuchi H., Ueda Y., Sagara A., Nishikawa M. Blister formation in tungsten by hydrogen and carbon mixed ion beam irradiation // Journal of Nuclear Materials. –2003. –Vol.313–316. –P.204–208.

54. Hanjun Tu, Cong Li, Liqun Shi. The erosion and retention properties of α–WC films by low–energy deuterium ion irradiation // Applied Surface Science. –2023. –Vol.608. –P. 155133.

55. Wang P., Jacob W. Deuterium diffusion and retention in a tungsten–carbon multilayer system // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. –2014. –Vol.329. –P.6–13.

56. Suchandrima Das. 2019 Recent advances in characterising irradiation damage in tungsten for fusion power // SN Applied Sciences. – No.1614

57. Ratynskaia S., Thorén E., Tolias P., Pitts R.A., Krieger K., Vignitchouk L., Iglesias D. Resolidification–controlled melt dynamics under fast transient tokamak plasma loads // Nuclear Fusion. –2020. –Vol.60. –P.104001.

58. The formation of carbides in the surface layer of tungsten on an imitation stand with a plasma–beam installation. A.Z. Miniyazov, T.R. Tulenbergenov, M.K. Skakov, I.A. Sokolov, G.K. Kaiyrdy, O.S. Bukina. The XXIV International Conference on ion – surface interactions (ISI–2019) 19 – 23 August 2019, Moscow, 2019.

59. Jia Y.Z., Liu W., Xu B., Luo G.N., Qu S.L., Morgan T.W., De Temmerman. G. Mechanism for orientation dependence of blisters on W surface exposed to D plasma at low temperature // Journal of Nuclear Materials. –2016. –Vol.477. –P165–171.

60. Chektybayev B., et al., Study of breakdown and plasma formation in the KTM tokamak with the massive conductive vacuum chamber // Fusion Engineering and Design. – 2021. – Vol. 163. – 112167. – https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2020.112167.

61. Kaname I. ITER on the road to fusion energy // Nuclear Fusion. – 2010. – Vol.50(1). – P.014002.

62. Psoda M., Rubel M., Sergienko G., Sundelin P., Pospieszczyk A. Material mixing on plasma-facing components: Compound formation // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 386-388. – P. 740-743.

63. Campbell D. J., et al., Innovations in Technology and Science R&D for ITER // Journal of Fusion Energy. – 2019. – Vol. 38. – P. 11–71. – https://doi.org/10.1007/s10894–018–0187–9.

64. Vasileska I., Bonnin X., Kosa L. Kinetic–fluid coupling simulations of ITER Type I ELM // Fusion Engineering and Design. – 2021. – Vol. 168. –P. 112407. – https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2021.112407.

65. Hirai T., Maier H., Rubel, et al. R&D on full tungsten divertor and beryllium wall for JET ITER-like wall project // Fusion Engineering and Design. – 2007. – Vol. 82(15-24). – P.1839–1845. – https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2007.02.024.

66. Balden M., Manhard A., Elgeti S. Deuterium retention and morphological modifications of the surface in five grades of tungsten after deuterium plasma exposure // Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Vol. 452. – P. 248-256. – http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.018.

67. Hirai T., Escourbiac F. ITER tungsten divertor design development and qualification program // Fusion Engineering and Design. – 2013. – Vol.88. –P.1798–1801.

68. Солодуха В.А., Пилипенко В.А., Яковлев В.П. Роботизированная установка быстрой термической обработки для создания изделий электронной техники // Журнал «Доклады БГУИР». –2019. –Т.122, №4. –С. 92–97.

69. Боброва Н.Б., Горбатенко В.М., Куценко, П.А., Роскошная Е.Ю., Соколенко, В.И., Чупиков А.А. «Вакуумная установка для высокотемпературного отжига материалов в магнитном поле» // ВАНТ. –2015. №2 (96). –С.190–192.

70. Humphry-Baker S. A., Smith G. D. W., Pintsuk G. Thermal shock of tungsten carbide in plasma–facing conditions // Journal of Nuclear Materials. –2019. –Vol.524. –P. 239–246.

71. Wirtz M., Linke J., Loewenhoff T., Pintsuk G., Uytdenhouwen I. Thermal shock tests to qualify different tungsten grades as plasma facing material // Physica Scripta. – 2016. –Vol.6. –P.014015.

72. Song G.M., Wang Y.J., Zhou Y. Thermomechanical properties of TiC particlereinforced tungsten composites for high temperature applications // Journal of Refractory Metals and Hard Materials. –2003. –Vol.21(1–2). –P.1–12.

73. García J., Ciprés V. C., Blomqvist A., Kaplan B. Cemented carbide microstructures: a review // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. –2018. –Vol.80. –P.40–68.

74. Lay S. HRTEM investigation of dislocation interactions in WC // Journal of Refractory Metals and Hard Materials. –2013. –P. 416–421.

75. Hirai T., Pintsuk G., Linke J., Batilliot M. Cracking failure study of ITER reference tungsten grade under single pulse thermal shock loads at elevated temperatures // Journal of Nuclear Materials. –2009. –Vol.390. –P.751–754.

76. Воронин А. В., Семенов Б. Н., Судьенков Ю. В. Механизм разрушения вольфрама в результате тепловой нагрузки при воздействии плазменной струи // Вестник СПбГУ. – 2015. – № 1, Т.2(60). –С.106-111.

77. Matthews G. F. Development of divertor tungsten coatings for the JET ITER–like wall // Journal of Nuclear Materials. –2009. –Vol.390–391. –P.934–937.

78. Budaev V.P., Martynenko Yu.V., KarpovA.V. Tungsten recrystalization and cracking under iter–relevant heat loads // Journal of Nuclear Materials. –2015. –Vol. 463. –P. 237—240.

79. Маханьков А.Н. Вольфрамовая облицовка диверторной мишени для термоядерного реактора токамак. Санкт–Петербург, 2003. 125 с.

80. Coad P., et al. Overview of material re-deposition and fuel retention studies at JET with the Gas Box divertor // Nucl. Fusion. – 2006. – Vol. 46. – P. 350. – https://doi.org/10.1088/0029-5515/46/2/018.

81. Samuel J. Zenobia. Effects of Helium Ion Implantation on the Surface Morphology of Tungsten at High Temperature for the First Wall Armor and Divertor Plates of Fusion Reactors. // PhD thesis.– University of Wisconsin–Madison. 2010. P. 238

82. Hu Q. Modeling space–time dependent helium bubble evolution in tungsten armor under IFE conditions // Fusion Science and Technology. –2007. –Vol.52. –P. 574–578.

83. Nishijima D., Iwakiri H., Amano K., Ye M.Y., Ohno N., Tokunaga K., Yoshida N., Takamura S. Suppression of blister formation and deuterium retention on tungsten surface due to mechanical polishing and helium pre-exposure // Nuclear Fusion. –2005. –Vol.45. –P.669-674. –https://doi.org/10.1088/0029–5515/45/7/016

84. Abyzov A.M., Kidalov S.V., Shakhov F.M. High thermal conductivity composites consisting of diamond filler with tungsten coating and copper (silver) matrix // Journal of Materials Science. – 2011. – Vol. 46 – P. 1424–1438.

85. Abyzov A.M., Kidalov S.V., Shakhov F.M. High Thermal Conductivity // Physics of the Solid State. – 2012. – Vol. 54. – P. 210–215.

86. Šestan A.Sreekala L. Markelj S., Kelemen M. Non–uniform He bubble formation in W/W2C composite: Experimental and ab–initio study Acta Materialia. Том 226. March 2022 Номер статьи 11760 8.

87. Plank, H., Eckstein, W. Preferential sputtering of carbides under deuterium irradiation — a comparison between experiment and computer simulation // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. –1997. –Vol.124(1). –P.23–30.

88. Khripunov B.I., Gureev V.M., Danelyan L.S. , Zatekinb V.V., Koidana V. S., Kulikauskasb V. S., Latushkina S.T., Petrova V.B., Ryazanova A.I., Unezheva V. N. Analysis of a tungsten surface irradiated by fast ions and deuterium plasma // Journal of Surface Investigation. – 2014. – Vol. 8. – P. 229–233. – https://doi.org/10.1134/S1027451014020153.

89. Taniguchi M. Sato K. Ezato K. Yokoyama K. Dairaku M. Akiba M. Sputtering of carbon–tungsten mixed materials by low energy deuterium // Journal of Nuclear Materials. –2003. –P. 313–316.

90. Vörtler K., Björkas C., Nordlund K. The effect of plasma impurities on the sputtering of tungsten carbide // Journal of Physics: Condensed Matter. –2011. –Vol.23. –P.085002.

91. Alimov V. K., Ertl K., Roth J. Deuterium retention and lattice damage in tungsten irradiated with D ions // Journal of Nuclear Materials. –2001. –Vol.290-293. –P.389-393.

92. Rubel M., et al. Graphite-tungsten twin limiters in studies of material mixing processes on high heat flux components // J. Nucl. Mater. – 2000. – Vol. 283-287. – P. 1089-1093. – https://doi.org/10.1016/S0022-3115(00)00285-3.

93. Ueda Y., Coenen J.W., De Temmerman G., Doerner R.P., Linke J., Philipps V., Tsitrone E. Research status and issues of tungsten plasma facing materials for ITER and beyond // Fusion Engineering and Design. –2014. –Vol. 89. –P. 901–906.

94. Rieth M., Dudarev S.L., Gonzalez de Vicente S.M., Akta J. Recent progress in research on tungsten materials for nuclear fusion applications in Europe // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol. 432. –P. 482–500.

95. Yar–Mukhamedova G., Ved' M., Sakhnenko N., Karakurkchi A., Yermolenko I.Corrosion and Mechanical Properties of the Fe–W–Wo2 and Fe–

Mo–MoO2 Nanocomposites // Advances in Materials Science and Engineering. –2021. –P.5511127.

96. Oliver B. M., Venhaus T. J., Causey R. A. Hydrogen release from 800 MeV proton–irradiated tungsten // Journal of Nuclear Materials. –2002. –Vol.307–311. –P.1418–1423.

97. Nagata S., Tsuchiya B., Sugawara T. Helium and hydrogen trapping in W and Mo single–crystals irradiated by He ions //Journal of Nuclear Materials. –2002. –Vol.307–311. –P.1513-1516.

98. Qilai Zhou, et al. Helium and hydrogen interaction in tungsten simultaneously irradiated by He+-H2+ at high temperature // International Journal of Hydrogen Energy. Volume 45, Issue 16, 20 March 2020, Pages 9959-9968

99. Matsuyama M., Nakagawa S., Enyama M. //Journal of Nuclear Materials. –2004. –P.329–333.

100. Ueda Y., Peng H.Y., Lee H.T., Ohno N., Kajita S., Yoshida N. Helium effects on tungsten surface morphology and deuterium retention // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol. 442(1-3). – P. 267.

101. Tokunaga K., Tamura S., Yoshida N. //Journal of Nuclear Materials. –2004. –P.329–333.

102. Gabdrakhmanova L.A., Mukashev K.M., Umarov F.F., Muradov A.D., Yar–Mukhamedova G.S. Evolution of a Nanocrystalline Structure of the Cobalt Metal in Annealing // Journal of Nano– and Electronic Physics. – 2020. –Vol.12(6). – C.06027 –1–6.

103. Aldabergenova T.M., Kislitsin S.B., Larionov A.S., Yar–Mukhamedova G.S. Effect of low–energy alpha–particles irradiation on surface structure and physical–mechanical properties of high–purity tungsten // AIP Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1783. – 020003.

104. Hammond K. D. Helium, hydrogen, and fuzz in plasma–facing materials // Materials Research Express. –2017. –Vol.4. –P.104002.

105. Henriksson K., Nordlund K., Krasheninnikov A., Keinonen J. The depths of hydrogen and helium bubbles in tungsten: a comparison // Fusion Science and Technology. –2017. –Vol.50. –P.43–57.

106. Baldwin M.J., Doerner R.P., Nishijima D., Tokunaga K., Ueda Y., The effects of high fluence mixed–species plasma interactions with tungsten // Journal of Nuclear Materials. –2009. – Vol.886. –P.390–391.

107. Tsitrone E. Investigation of plasma wall interactions between tungsten plasma facing components and helium plasmas in the WEST tokamak // Nuclear Fusion. –2022.– Vol.62. –P.076028.

108. Tulenbergenov T.R., Skakov M.K., Sokolov I.A., Ganovichev D.A., Miniyazov A.Z., Formation of “Fuzz” on the Pre–Nitrided Tungsten Surface // Physics of Atomic Nuclei. –2019. – Vol.82. –P.1454-1459.

109. Bolt H., Barabash V., Federici G., Linke J., Loarte A., Roth J., Sato K., Plasma facing and high heat flux materials–needs for ITER and beyond // Journal of Nuclear Materials. – 2002. – Vol.307. – P.43–52.

110. Shimada T., Funabiki T., Kawakami R., Ueda Y., Nishikawa M. Carbon behavior on tungsten surface after carbon and hydrogen. mixed beam irradiation // Journal of Nuclear Materials. –2004. – Vol. 329–333. – P.747– 751.

111. Al–Ajlony A., Tripathi J.K., Hassanein A. Role of carbon impurities on the surface morphology evolution of tungsten under high dose helium ion irradiation // Journal of Nuclear Materials. –2015. – Vol. 466. –P.569–575.

112. Valles G., Martin-Bragado I., Nordlund K., Lasa A., Björkas C., Safi E., Perlado J.M., Rivera A. Temperature dependence of underdense nanostructure formation in tungsten under helium irradiation // Journal of Nuclear Materials. –2017. –Vol. 490. –P. 108–114

113. Ratynskaia S., Bortolon A., Krasheninnikov S.I. Dust and powder in fusion plasmas: recent developments in theory, modeling, and experiments // Reviews of Modern Plasma Physics. –2022. –Vol. 6. –P. 2-50

114. Batyrbekov E., Khasenov M., Gordienko Yu., Samarkhanov K., Ponkratov Yu. Optical radiation from the sputtered species under gas excitation by the products of the 6Li(n,α)3H nuclear reaction // Journal of Luminescence. –2019. – Vol.220. –P.116973.

115. Samarkhanov K., Khasenov M., Batyrbekov E., Gordienko Yu., Baklanova Yu., Kenzhina I., Tulubayev Ye., Karambayeva I. Optical radiation from the sputtered species under excitation of ternary mixtures of noble gases by the 6Li(n,α)3H nuclear reaction products // Eurasian Chemico–Technological Journal. –2021. –Vol.23. –P. 95–102.

116. Shaoyang Q., Liang G., Long Ch., Yue Yu., Wolfgang J., Guang-Hong L.,Jinliang W., Ting W. Effect of initial exposure temperature on the deuterium retention and surface blistering in tungsten // Nuclear Materials and Energy. –2022. – Vol.33. –P.101245

117. Rubel M., Emmoth B. Graphite–tungsten twin limiters in studies of material mixing processes on high heat flux components // Journal of Nuclear Materials. – 2000. – Vol. 283. – P. 1089–1093. – https://doi.org/10.1016/S0022–3115(00)00285–3.

118. Romanusa H., Cimallaa V., Schaefera J.A., Spieûb L., Eckec G., Pezoldtc J. Preparation of single phase tungsten carbide by annealing of sputtered tungsten–carbon layers // Thin Solid Films. –2000. –Vol. 359. –P.146– 149.

119. Marcos N. High–quality graphene as a coating for polycrystalline tungsten in low–energy helium and deuterium plasma exposures // Journal of Nuclear Materials –2021. –Vol. 552. –P.152979.

120. Jun J., Shun G., Zhao Ch.Zh., Hai B.G., Yao P.X. Effect of tungsten/graphene/tungsten interface on helium diffusion kinetics and mechanical properties and defects of tungsten as first wall material – first principle calculation // Journal of Alloys and Compounds. –2021. –Vol.851. –P.156760.

121. Ueda Y. Carbon impurity behavior on plasma facing surface of tungsten // Fusion Engineering and Design. –2006. –Vol.81. –P. 233–239

122. Shah V. Spatially dependent kinetics of helium in tungsten under fusion conditions // Journal of Nuclear Materials. –2020. –Vol.535. –P.152104

123. Tazhibayeva I.L. KTM Experimental Complex Project Status // Fusion Science and Technology. –2005. – Vol.47. – P. 746–750.

124. Gordienko Y., Ponkratov Y., Kulsartov T., Tazhibayeva I., Zaurbekova Z., Koyanbayev Y., Chikhray Y., Kenzhina I. Research Facilities of IAE NNC RK (Kurchatov) for Investigations of Tritium Interaction with Structural Materials of Fusion Reactors // Fusion Science and Technology. –2020. –P.703–709.

125. РБП 036 «Развитие атомных и энергетических проектов»: отчет о НИР «Научно–техническое обеспечение экспериментальных исследований на Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ»; исп.: Чектыбаев Б.Ж, Коровиков А.Г., Ольховик Д.А., Савкин В.И., Акаев А.С., Миниязов А.Ж. – №гос.рег.: 0121РК00701. от 19.10.2022г.

126. Патент РК на полезную модель №2080. Имитационный стенд с плазменно–пучковой установкой / А.А. Колодешников, В.А. Зуев, Д.А. Гановичев, И.А. Соколов, Т.Р. Туленбергенов, И.В. Визгалов, И.Н Богомолова. № 2080; опубл. 15.03.2017, Бюл. № 5.

127. Sokolov I.A., Skakov M.K., Miniyazov A.Z., Tulenbergenov T.R., Zhanbolatova G.K. Interaction of plasma with beryllium // Journal of Physics: Conference Series. –2021. –Vol.2064(1). –P.012070.

128. Kurnaev V., Vizgalov I., Gutorov K., Tulenbergenov T., Sokolov I., Kolodeshnikov A., Ignashev V., Zuev V., Bogomolova I., Klimov N. Investigation of plasma–surface interaction at plasma beam facilities // Journal of Nuclear Materials. –2015. –Vol.463. –P.228–232.

129. Kajita S., Sakaguchi W., Ohno N., Yoshida N., Saeki T. Formation process of tungsten nanostructure by the exposure to helium plasma under fusion relevant plasma conditions // Nuclear Fusion. – 2009. – Vol.49. – P. 095005.

130. De Temmerman G., Bystrov K., Zielinski J.J., Balden M., Matern G., Arnas C., Marot L. Nanostructuring of molybdenum and tungsten surfaces by low–energy helium ions // Journal of Vacuum Science and Technology. – 2012. –Vol.30. – P.041306.

131. T.R. Tulenbergenov, T.V. Kulsartov, I.A. Sokolov, B.K. Rakhadilov, D.A. Ganovichev, A.A. Sitnikov. Studies on gas release from pre–saturated samples on a plasma beam installation. Physical Sciences and Technology. – 2017. – Vol.4. – №2. – P. 15–28.

132. Sokolov I.A., Skakov M.K., Zuev V.A., Ganovichev D.A., Tulenbergenov T.R. Study of the Interaction of Plasma with Beryllium that is a Candidate Material for the First Wall of a Fusion Reactor // Journal Technical Physics. –2018. –Vol.63. – P.506–510.

133. Экспериментальные исследования влияния покрытий на свойства материалов, обращенных к плазме, на имитационном стенде с плазменно–пучковой установкой: отчет о НИР (промежуточный) / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; рук. Т.Р. Туленбергенов, Е.Т. Коянбаев. – Курчатов, 2019. – 43 с. – ГР №0118РК01136. – Инв. № 0219РК01347.

134. Жанболатова Ғ.Қ., Миниязов А.Ж., Туленбергенов Т.Р., Соколов И.А., Букина О.С. Исследование карбидизации поверхности вольфрама при плазменном облучении // Вестник НЯЦ РК. –2021. –Вып. 3. – С.37–43.

135. Жанболатова Ғ.Қ., Бакланов В.В., Туленбергенов Т.Р., Миниязов А.Ж., Соколов И.А. Карбидизация поверхности вольфрама в пучково–плазменном разряде // Вестник НЯЦ РК. – 2020. –Вып. 4. –С. 77–81.

136. Terra A., Sergienko G., Tokar M. Micro–Structured Tungsten: an Advanced Plasma–Facing Material // Nuclear Materials and Energy. – 2019. – Vol.19. – P.7–12.

137. Matthews G.F., Edwards P., Greuner H., Loving A., Maier H., Mertens Ph., Philipps V., Riccardo V., Rube M., Ruset C. Current status of the JET ITER–like Wall Project // Physica Scripta. – 2009. – Vol.138.

138. Будаев В.П., Химченко Л.Н. Фрактальная нано– и микроструктура осажденных пленок в термоядерных установках // ВАНТ. –2008. –Т. 3. –С. 34.

139. Takamura S. Power transmission factor through the sheath in deuterium plasmas for virgin as well as nanostructured tungsten // Journal of Nuclear Materials. – 2015. –Vol. 463. –P. 325—328.

140. ТУ 48–19–57–91 Вольфрам металлический высокой чистоты. Технические условия.

141. https://www.webelements.com/tungsten/, дата обращения июнь, 2019 г.

142. Takamura S. Initial stage of fiber–form nanostructure growth on refractory metal surfaces with helium plasma irradiation // Plasma and Fusion Research: Letters. – 2014. –Vol. 9. –P. 1302007.

143. Nishijima D., Ye M.Y., Ohno N., Takamura S. Incident ion energy dependence of bubble formation on tungsten surface with low energy and high flux helium plasma irradiation // Journal of Nuclear Materials. –2003. –Vol. 313–316. – P.97.

144. Gruber O., Sips A.C.C., Dux R., Eich T., Fuchs J.C., Herrmann A., Kallenbach A., Maggi C.F., Neu R., Pütterich T. Compatibility of ITER scenarios with full tungsten wall in ASDEX Upgrade // Nuclear Fusion. – 2009. – Vol. 49. – № 11. – http://iopscience.iop.org/0029–5515/49/11/115014.

145. Baldwin M.J., Doerner R.P. Helium induced nanoscopic morphology on tungsten under fusion relevant plasma conditions // Nuclear Fusion. –2008. –Vol. 48. –P. 035001.

146. Baldwin M.J., Doerner R.P. Formation of helium induced nanostructure «fuzz» on various tungsten grades // Journal Nuclear of Materials. –2010. –Vol. 404. – P. 165.

147. Temmerman G. De, Bystrov K., Doerner R.P., Marot L., Wright G.M., Woller K.B. Helium effects on tungsten under fusion–relevant plasma loading conditions // Journal Nuclear of Materials. –2013. –Vol. 438. –P. 78.

148. Rakhadilov B., Uazyrkhanova G., Myakinin A., Uazyrkhanova Z. Effect of Intensive Plastic Deformation on Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. –Vol.142(1). –012035. – DOI: 10.1088/1757–899X/142/1/01203

149. Miyamoto M. Systematic investigation of the formation behavior of helium bubbles in tungsten // Journal Nuclear of Materials. –2015. –Vol. 463. –P.333—336.

150. Туленбергенов Т.Р., Соколов И.А., Миниязов А.Ж., Кайырды Г.К., Ситников А.А. Обзор по линейным ускорителям // Вестник НЯЦ РК. –2019. –№4. –С.59–67.

151. Tulenbergenov T., Skakov M., Kolodeshniko`v A., Zuev V., Rahadilov B, Sokolov A., Ganovichev D., Bukina O. Interaction between Nitrogen Plasma and Tungsten // Nuclear materials and Energy. –2017. –Vol.13. –P. 63–67.

152. S.I. Krasheninnikov, On scrape off layer plasma transport // Physics Letter A. –2001. –Vol.283(5–6) . –P.368-370.

153. D'Ippolito D.A., Myra J.R., Krasheninnikov S.I., Yu G.Q. Blob Transport in the Tokamak Scrape–off–Layer // Contributions to Plasma Physics. –2004. –Vol.44(1–3) . –P. 205–216.

154. Ohno N., Hirahata Y., Yamagiwa M., Kajita S., Takagi M., Yoshida N., Influence of crystal orientation on damages of tungsten exposed to helium plasma // Journal of Nuclear Materials. –2013. –Vol.438. –P.79–82

155. Qu S, Li Y, Wang Z, Jia Y, Li C, Xu B, Chen W, Bai S, Huang Z, Tang Z and Liu W // Journal of Nuclear Materials. –2017. –484. –P.382–385.

156. Dunand A., Minissale M., Angot T., Bisson R. Flux dependence of helium retention in clean W(110): Experimental evidence for He self–trapping // Nuclear Materials and Energy. –2023. –Vol. 34. –P.101324.

157. Loarte A., Lipschultz B., Kukushkin A.S., Matthews G.F. Chapter 4: Power and particle control // Nuclear Fusion. –2007. –Vol.47(6). –P.203.

158. Krasheninnikov S.I. Recent theoretical progress in understanding coherent structures in edge and SOL turbulence // Journal Plasma Physica. –2008. . –Vol.74(5). –P.679–717.

159. Исследование взаимодействия плазмы с конструкционными материалами КТМ на плазменно–пучковой установке: программа и методика испытаний : № 958вн/13–240–02 от 19.06.2014 // Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК.–Курчатов, 2014.

160. Ключарев А.Н. Мишаков В.Г. Тимофеев Н.А. Введение в физику низкотемпературной плазмы. – Издательство: Санкт–Петербургского университета, г. Санкт-Петербург. 2008. – 224 с.

161. Nishijima D., Ye M.Y., Ohno N., Takamura S. Formation mechanism of bubbles and holes on tungsten surface with low–energy and high–flux helium plasma irradiation in NAGDIS–II // Journal of Nuclear Materials. – 2004. – Vol. 329—333. –P.1029-1033.

162. Cherepanov D., Arakcheev A., Arakcheev A., Burdakov A.V. In situ method for studying stresses in a pulse–heated tungsten plate based on measurements of surface curvature // Nuclear Materials and Energy. –2021. –Vol.26(9). –P.100919.

163. https://physics.nist.gov/PhysRefData/Handbook/Tables/heliumtable2.htm

164. Скаков М.К., Туленбергенов Т. Р., Чектыбаев Б. Ж., Соколов И. А., Миниязов А. Ж., Жанболатова Г. К., Наурызбаев Р. Ж. Измерение электронной температуры и концентрации плазмы на плазменно–пучковой установке с использованием электрического зонда // Вестник НЯЦ РК. –2023. –№4. –С.5–13.

165. ASTM E112–13(2021) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size DOI: 10.1520/E0112–13R21

166. ГОСТ 9391–80. Сплавы твёрдые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры

167. Система анализа микроструктуры объектов Axalit. Методика поверки. МП 130–251–2017. ФГУП «Уральский научно–исследовательский институт метрологии» г. Екатеринбург, 2017 г.

168. Gražulis, S.; Chateigner, D.; Downs, R. T.; Yokochi, A. F. T.; Quirós, M.; Lutterotti, L.; Manakova, E.; Butkus, J.; Moeck, P. & Le Bail, A.; Crystallography Open Database – an open–access collection of crystal structures, J. Appl. Cryst., 2009, 42, 726–729.

169. Соколов И.А., Скаков М.К., Миниязов А.Ж., Туленбергенов Т.Р., Кайырды Г.К. Изучение процессов образования карбидов на поверхности дивертора термоядерных реакторов // Вестник КазНАЕН. – 2019.– № 1.– С. 44–49.

170. Патент на изобретение. Способ получения карбидов вольфрама в плазменно–пучковом разряде №34269 / М.К. Скаков, Э.Г. Батырбеков, А.Ж Миниязов, Т.Р. Туленбергенов, И.А. Соколов; опуб. 22.05.2020, Бюл. № 20.

171. Физика и химия карбидов вольфрама / А.С. Курлов, А.И. Гусев.– М.: ФИЗМАТЛИТ.– 2013.– 272 с.

172. Материаловедение и технология конструкционных материалов: учебное пособие. Часть 1. Материаловедение. Стандарт третьего поколения / В.М. Александров.– Архангельск: Северный (Арктический) федеральный университет, 2015.– 327 с.

173. Tabiyeva Y.Y., Rakhadilov B.K., Uazyrkhanova G.K., Zhurerova L.G., Maulit A., Baizhan D. Surface modification of steel mark 2 electrolytic plasma exposure // Eurasian Journal of Physics and Functional Materials. – 2019. – Vol.3(4). P.355–362.

174. Карбиды вольфрама: структура, свойства и применение в твердых сплавах / А.С. Курлов, А.И. Гусев.– Springer, 2013.

175. Курлов А.С., Гусев А.И. Фазовые равновесия в системе W–C и карбиды вольфрама // Успехи химии. – 2006. – Vol. 75 (7).

176. Рентгенофазовый и структурный анализ поверхности образцов вольфрама марки ВЧ (после рекристаллизационного отжига): протокол № 12-230-02/67 от 29.03.2019 // Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК.– Курчатов, 2019.

177. Tazhibaeva I., Skakov M., Baklanov V., Koyanbaev E., Kulsartov T., Ponkratov Yu., Gordienko Yu., Zaurbekova Zh., Kukushkin I., Nesterov E. Study of Properties of Tungsten Irradiated in Hydrogen Atmosphere // Nuclear Fusion. – 2017. –V.57. –P.126062.

178. Миниязов А.Ж., М.К. Скаков, В.В. Бакланов, Е.Т. Коянбаев, Т.Р. Туленбергенов, И.А. Соколов, Ғ.Қ. Жанболатова. Способ высокотемпературного отжига металлов и сплавов методом электронно-лучевого воздействия в вакуумной и газовой среде. Патент на изобретение. № 35911 от 21.10.22 г. Бюллетень РГП НИИС №42. https://gosreestr.kazpatent.kz/Invention/DownLoadFilePdf?patentId=346518&lang=ru

179. Skakov, M., Zhanbolatova, G., Miniyazov A., Tulenbergenov, T., Sokolov, I., Sapatayev, Y., Kozhakhmetov, Y., Bukina, O. Impact of High-Power Heat Load and W Surface Carbidization on its Structural-Phase Composition and Properties. Fusion Science and Technology, Vol. 77, Issue. 1, 2021, pp. 57-66. Квартиль Q3 (IF 1.3) в базе Web of Science и 50-й процентиль по Cite Score (Nuclear Energy and Engineering) в базе Scopus. https://doi.org/10.1080/15361055.2020.1843885

180. Туленбергенов Т.Р., Скаков М.К., Миниязов А.Ж., Соколов И.А., Кайырды Г.К. Роль имитационного стенда с плазменно-пучковой установкой в исследованиях плазменно-поверхностного взаимодействия. Вестник НЯЦ РК. – Курчатов, 2019. – Вып. 4. – С. 51-58. https://doi.org/10.52676/1729-7885-2019-4-51-58.

181. M.K. Skakov, A.Z. Miniyazov, A.V. Gradoboev, O.A. Stepanova, Tulenbergenov T.R., I.A. Sokolov. The plasma beam tests of fusion reactor materials. 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2020 online): Abstracts. — Tomsk: Publishing House of IAO SB RAS, 2020. — 635 pp. – p.183.

182. Skakov M. K., Miniyazov A. Z. Experimental studies in support of Kazakhstan Materials Science Tokamak // Book of Abstracts of International online conference “Advanced manufacturing materials and research: new technologies and techniques AMM&R2021 February 19, 2021”. – Ust-kamenogorsk, 2021. – P. 20.

183. Миниязов А.Ж., Т.Р. Туленбергенов, М.К. Скаков, И.А. Соколов, Г.К. Кайырды. Роль имитационного стенда с плазменно-пучковой установкой в исследованиях плазменно-поверхностного взаимодействия // Сборник тезисов докладов II Международный научный форум «Ядерная наука и Технологии»; ИЯФ, Алматы, 24 – 27 июнь 2019.– Алматы, 2019. С. 124-125.

184. Бакланов В.В., Миниязов А.Ж., Туленбергенов Т.Р., Соколов И.А., и др. Глава 1. Экспериментальные исследования влияния покрытий на свойства материалов, обращенных к плазме. Монография «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на Казахстанском Материаловедческом Токамаке КТМ». Под общей редакцией Батырбекова Э.Г., Скакова М.К. ISBN 978-601-06-7964-1 2021 – 172 с : ил.168, г. Курчатов, Филиал «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр РК» Министерства энергетики РК, 2021 г. С. 5-48.

185. Скаков М.К., Миниязов А.Ж., Жанболатова Ғ.Қ., Соколов И.А., Туленбергенов Т.Р., Кожахметов Е.А., Букина О.С. Влияние мощной тепловой нагрузки и карбидизации поверхности вольфрама на его структурно-фазовое состояние и свойства. Сборник материалов Международной научно-

практической конференции «Увалиевские чтения-2022» «Актуальные проблемы науки и образования в условиях современных вызовов», г. Усть-Каменогорск, 23-24 сентября 2022 г. Часть 1, С. 379-384,

186. Миниязов А.Ж., Скаков М. К., Градобоев А.В., Туленбергенов Т.Р., Соколов И.А. Исследование воздействия тепловой нагрузки на карбидный слой облицовки дивертора. Сборник тезисов IX международной конференции "Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала", 7–9 сентября 2021 г. – г. Курчатов, Казахстан, 2021. – С.78.

187. Mazhyn Skakov, Arman Miniyazov, Erlan Batyrbekov, Viktor Baklanov, Yerbolat Koyanbayev, Aleksandr Gradoboev, Yernat Kozhahmetov, Igor Sokolov, Timur Tulenbergenov, Gainiya Zhanbolatova. Influence of the Carbidized Tungsten Surface on the Processes of Interaction with Helium Plasma. Materials. 15, P. 7821, 2022. Квартиль Q2 (IF 4.0) в базе Web of Science и/или 70-й процентиль по Cite Score (Condensed Matter Physics) в базе Scopus. https://doi.org/10.3390/ma15217821

188. B.K. Rakhadilov, A.Zh. Miniyazov, M.K. Skakov, Zh.B. Sagdoldina, T.R. Tulenbergenov, Y.Y. Sapatayev. Study of structure modification and surface erosion of tungsten and molybdenum at plasma irradiation. Technical Physics 65(3): P. 382-391, 2020. Квартиль Q4 (IF 0.4) в базе Web of Science и/или 32-й процентиль по Cite Score (Physics and Astronomy) в базе Scopus. https://doi.org/10.1134/S1063784220030202

189. Mazhyn Skakov, Arman Miniyazov, Viktor Baklanov, Aleksandr Gradoboev, Igor Sokolov, Timur Tulenbergenov, Yernat Kozhahmetov, Gainiya Zhanbolatova, Ivan Kukushkin. Influence of Helium plasma on the structural state of the surface carbide layer of tungsten. Journal Materials Science. AIMS. 2023. Volume 10, Issue 4: pp. 725-740. Квартиль Q4 (IF 1.8) в базе Web of Science и 53-й процентиль по Cite Score (Materials Science) в базе Scopus. https://doi.org/10.3934/matersci.2023040

190. М.К. Скаков, Миниязов А.Ж., А.А. Ситников. Экспериментальные исследования взаимодействия низкотемпературной плазмы с вольфрамом. Ползуновский Вестник АлтГТУ, - Барнаул, 2019. – №1. – С.181-185. https://10.25712/ASTU.2072-8921.2019.01.033

191. А.Ж. Миниязов, М.К. Скаков, И.А. Соколов, Т.Р. Туленбергенов, Е.А. Кожахметов, Г.К. Жанболатова. Interaction of plasma with carbide surface layer of tungsten. XXVI Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью-ISI2023», 21-25 августа 2023 г., Ярославль, РФ. – Сборник трудов. Том 2. С. 182-187.

192. А.Ж. Миниязов, Е.А. Кожахметов, М.К. Скаков, Т.Р. Туленбергенов, И.А. Соколов. Деградация структуры и свойств карбидных поверхностных слоев вольфрама в условиях плазменного воздействия. XV Международная конференция «Физика твердого тела», г. Астана, 8–10 декабря, 2022 г., Сборник трудов. С. 84-87.

193. A.Z. Miniyazov, M.K. Skakov, T.R. Tulenbergenov, I.A. Sokolov. Degradation of the Structure and Properties of Tungsten Carbide Surface Layers under Plasma Effect. 32nd Symposium on Fusion Technology (SOFT 2022). Book of Abstracts. 18–23 September, 2022, Dubrovnik, Croatia. P. 808.

194. A. Miniyazov, I. Sokolov, T. Tulenbergenov, Y. Baklanova. Interaction of low temperature plasma with fusion materials. 14th International Conference "Gas Discharge Plasmas and Their Applications", GDP 2019, Abstracts, Tomsk, TPU Publishing House, 2019. – P.272.

195. A.Z. Miniyazov, M.K. Skakov, T.R. Tulenbergenov, I.A. Sokolov, G.K. Zhanbolatova, O.S. Bukina and Ye.A. Kozhahmetov. 15th International Conference “Gas Discharge Plasmas and Their Applications”. Investigation of tungsten surface carbidization under plasma irradiation. Book of Abstracts, September 5-10, 2021”. – Ekaterinburg, 2021. – P. 118.

196. M.K. Skakov, A.Z. Miniyazov, Tulenbergenov T.R., Sokolov I.A. Stepanova O.A. Investigation of surface carbide layers of tungsten under the influence of helium plasma. Materials of Conference. 10th International Conference on Nanomaterials and Advanced energy storage systems, August 4-6, 2022. – Nur-Sultan, 2022. P.160.

197. Скаков М.К., Миниязов А.Ж., Соколов И.А., Туленбергенов Т.Р., Кожахметов Е.А., и др. Влияние гелиевой плазмы на структурное состояние поверхностного карбидного слоя вольфрама. Международная конференция «Семипалатинский испытательный полигон», Сборник тезисов. РГП НЯЦ РК 12-14 сентября 2023 г. – г. Курчатов, Казахстан, 2023. С. 57-58.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Патент на изобретение
«Способ высокотемпературного отжига металлов и сплавов методом электронно-лучевого воздействия в вакуумной и газовой среде»

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

ПАТЕНТ
PATENT

№ 35911

ӨНЕРТАБЫСҚА / НА ИЗОБРЕТЕНИЕ / FOR INVENTION

(21) 2021/0486.1

(22) 11.08.2021

(45) 21.10.2022

(54) Вакуум мен газ ортасында электронды-сәулелік әсер ету арқылы металдарды және қоспаларды жылуды жоғары температурада күйдіру тәсілі
Способ высокотемпературного отжига металлов и сплавов методом электронно-лучевого воздействия в вакуумной и газовой среде
Method of high-temperature annealing of metals and alloys by electron-beam exposure in a vacuum and gas environment

(73) Қазақстан Республикасы Энергетика министрлігінің «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» шаруашылық жүргізу құқығындағы республикалық мемлекеттік кәсіпорны (KZ)
Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» Министерства энергетики Республики Казахстан (KZ)
«National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan» Republican State Enterprise on the Right of Economic Management of the Ministry of Energy of the Republic of Kazakhstan (KZ)

(72) Скаков Мажын Канапинович (KZ)
Миниязов Арман Жанарбекович (KZ)
Бакланов Виктор Владимирович (KZ)
Коянбаев Ерболат Тайтолеуович (KZ)
Туленбергенов Тимур Рымбекович (KZ)
Соколов Игорь Андреевич (KZ)
Жанболатова Ғайния Қайырдықызы (KZ)

Skakov Mazhyn Kanapinovich (KZ)
Miniyazov Arman Zhanarbekovich (KZ)
Baklanov Viktor Vladimirovich (KZ)
Koyanbaev Yerbolat Taitoleuovich (KZ)
Tulenbergenov Timur Rymbekovich (KZ)
Sokolov Igor Andreyevich (KZ)
Zhanbolatova Gainiya Kaiyrdykyzy (KZ)

ЭЦҚ қол қойылды — Е. Оспанов
Подписано ЭЦП — Е. Оспанов
Signed with EDS — Y. Ospanov

«Ұлттық зияткерлік меншік институты» РМК директоры
Директор РГП «Национальный институт интеллектуальной собственности»
Director of the «National Institute of Intellectual Property» RSE

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

АКТ

о разработке методики «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама»

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель директора

__________ В.В. Бакланов

«24» 08 2022г.

АКТ

О разработке методики «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама»

г. Курчатов №12-230-02/1579вн «24» 08 2022 г.

Мы, нижеподписавшиеся, Миниязов А.Ж. – начальник лаборатории, Туленбергенов Т.Р. – научный сотрудник лаборатории, Соколов И.А. – начальник группы лаборатории, составили акт о разработке и наличии методики «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама» №12-230-02/1545вн от 22.08.22 г., разработанной в рамках НТП КТМ по теме 02.01 «Исследование взаимодействия плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама».

Методика включает в себя следующие этапы:

– теоретическую часть по взаимодействию гелиевой плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама;

– практическую часть по подготовке образцов и характеризации исходного состояния поверхности, проведению работ по образованию карбидизированного покрытия на исследуемых образцах, проведению экспериментальных работ по взаимодействию плазмы с карбидизированной поверхностью вольфрама, исследованию поверхности карбидизированных образцов вольфрама до и после плазменного облучения и по обработке и анализу полученных результатов исследований.

Разработанная методика может быть использована: для планирования режимов экспериментов, проводимых на имитационном стенде с ППУ; для образования углеродных пленочных покрытий в условиях плазменно-пучкового разряда и для испытаний карбидизированной поверхности вольфрама плазмой.

Начальник лаборатории 234 А.Ж. Миниязов

Научный сотрудник лаборатории 234 Т.Р. Туленбергенов

Начальник группы лаборатории 234 И.А. Соколов

СОГЛАСОВАНО

Начальник отдела 230 Ю.Ю. Бакланова

ПРИЛОЖЕНИЕ В

АКТ

о внедрении результатов диссертационной работы в процедуру проведения научных и прикладных исследований в области термоядерных исследований в филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК

«УТВЕРЖДАЮ»
Первый заместитель
директора, PhD
_________ В.В. Бакланов
«02» 10 __________ 2023 г.

АКТ №12-230-02/1584вн от 02.10.2023г.

о внедрении результатов диссертационной работы
на соискание степени доктора философии (PhD)
Миниязова Армана Жанарбековича
в процедуру проведения научных и прикладных исследований в области термоядерных исследований

Комиссией филиала «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» в составе:

Председатель:

Коянбаев Е.Т. – Заместитель директора по материаловедческим исследованиям;

Члены комиссии:

Бакланова Ю.Ю. – начальник отдела материаловедческих испытаний;

Сапатаев Е.Е. – начальник лаборатории радиационного материаловедения;

Мухамедова Н.М. – научный сотрудник лаборатории испытаний материалов в условиях термоядерного реактора, PhD,

составлен настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Миниязова Армана Жанарбековича на тему «**Влияние теплового и плазменного воздействий на структурное состояние и свойства карбидного приповерхностного слоя вольфрама**», представленной на соискание степени доктора философии (PhD) по образовательной программе 8D05302 «Техническая физика», внедрены процедуру проведения научных и прикладных исследований в области взаимодействия плазмы с поверхностью конструкционных материалов ТЯР в филиале «Институт атомной энергии» РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» Министерства энергетики РК.

Разработанный способ высокотемпературного отжига материалов в высоковакуумных условиях и газовой среде методом электронно-лучевого воздействия позволил проводить длительные термические испытания и плазменное облучение тугоплавких материалов на плазменно-пучковой установке. Методика исследований взаимодействия плазмы с приповерхностным карбидным слоем вольфрама, предложенный автором, и результаты исследований были апробированы при реализации задач по изучению структуры и свойств вольфрама с карбидным слоем при плазменном облучении.

Комиссия считает, что внедрение результатов имеет высокую теоретическую и практическую значимость и будут применены при разработке программы материаловедческих исследований на Казахстанском материаловедческом Токамаке КТМ.

Председатель комиссии Е.Т. Коянбаев

Члены комиссии: Ю.Ю. Бакланова

Е.Е. Сапатаев

Н.М. Мухамедова

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

АКТ

внедрения результатов научно-исследовательских, научно-технических работ, (или) результатов научной и (или) научно-технической деятельности в учебный процесс

Министерство науки и высшего образования Республики Казахстан
НАО «Университет имени Шакарима города Семей»

УТВЕРЖДАЮ
Член Правления – Проректор
по академическим вопросам,
Председатель комиссии
___________ И.А. Оралканова
«05» ___08___ 2023 г.

АКТ
внедрения результатов научно-исследовательских, научно-технических работ, (или) результатов научной и (или) научно-технической деятельности в учебный процесс

1. Наименование научно-исследовательских, научно-технических работ и (или) результатов научной и (или) научно-технической деятельности (монография, диссертация, научный проект, патент – год издания, количество страниц):

Диссертационная работа PhD на тему "Влияние теплового и плазменного воздействий на структурное состояние и свойства карбидного приповерхностного слоя вольфрама", 2023 год, 112 стр.

2. Сведения об авторах (ФИО автора (-ов), ученая степень, ученое звание, должность, факультет, кафедра):

Миниязов Арман Жанарбекович, докторант Инженерно-технологического факультета, кафедры "Техническая физика и теплоэнергетика".

3. Краткая аннотация:

Диссертационная работа посвящена исследованиям структуры и свойств конструкционных материалов в условиях высокотемпературного теплового воздействия и плазменного облучения.

4. Место внедрения (факультет, кафедра, образовательная программа):

Инженерно-технологический факультет, кафедра "Техническая физика и теплоэнергетика", образовательная программа 6В05303 "Техническая физика".

5. Форма внедрения (лекция, практическое занятие, лабораторная работа, семинар и т.д. по дисциплине «_»): практическое занятие по дисциплине "Физика конденсированного состояния".

Настоящий Акт составлен в 3-х экземплярах и передан на хранение в учебно-методический отдел, отдел по управлению научной деятельностью, на кафедру "Техническая физика и теплоэнергетика".

Члены комиссии:

Член Правления – Проректор по науке и инновациям	Ж. Қалибекқызы
Руководитель отдела по управлению научной деятельностью	Е.П. Евлампиева
Руководитель учебно-методического отдела	С.А. Рапикова
Руководитель Центра коммерциализации и инноваций	А.М. Байкадамова
Декан факультета	Г.Н. Нұрымхан
Заведующий кафедрой	О.А. Степанова