

УДК 533.924

ВЛИЯНИЕ ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА Т-10 НА ВАКУУМНЫЕ СВОЙСТВА ГРАФИТА МПГ-8

*А.А. Скворода, А.В. Спицын (РНИЦ «Курчатовский институт»), В.С. Петров,
А.А. Полунина
(Московский институт электроники и математики), М.В. Провоторов, Т.Н. Трушкова
(РХТУ им. Д.И. Менделеева)*

В работе изучаются вакуумные свойства мелкозернистого графита МПГ-8, используемого в токамаке Т-10 в качестве конструкционного материала лимитера и подвижной диафрагмы. Показано, что графит МПГ-8, являясь пористым материалом, после эксплуатации в токамаке меняет свои характеристики. Так, его водородная проводимость возрастает с $5 \cdot 10^{15}$ до $8 \cdot 10^{15}$ мол./с·м·Па), а «открытая пористость» увеличивается с 17 до 20%. Обнаруженное изменение характеристик графита, по всей видимости, является следствием кондиционирования камеры и необходимым условием для достижения нормального режима работы токамака.

INFLUENCE OF T-10 PLASMA ON PROPERTIES OF MPG-8 FINE-GRAIN GRAPHITE. A.A. SKOVORODA, A.V. SPITSYN, V.S. PETROV, A.A. POLUNINA, M.V. PROVOTOROV, T.N. TRUSHKOVA. The gas driven permeation and porous structure of the MPG-8 fine-grained graphite before and after using in tokamak T-10 as a constructional material of a limiter were investigated. It was shown, that graphite MPG-8 is porous material and hydrogen conductivity increases from $5 \cdot 10^{15}$ to $8 \cdot 10^{15}$ mol./(s·m·Pa) after operation as a limiter and «the open porosity» increases from 17 up to 20%.

ВВЕДЕНИЕ

Концепция термоядерного реактора с магнитным удержанием плазмы предполагает использование вакуумных камер, внутри которых в магнитном поле будет удерживаться высокотемпературная плазма. При этом внутренняя поверхность вакуумной камеры подвергается воздействию излучения, быстрых атомов и ионов. Для защиты вакуумной камеры от этих факторов используют пластины из различных материалов. К таким материалам предъявляются очень жёсткие, а подчас и противоречивые требования. Так как потоки энергии в виде излучения и частиц плазмы на поверхность вакуумной камеры достигают 10 МВт/м^2 и более, то материалы должны быть тугоплавкими, с высокой теплопроводностью и низким коэффициентом распыления. Следует учесть, что распыленные элементы первой стенки, попадая в плазму, оказывают негативное воздействие на плазменный разряд. Негативное воздействие увеличивается с ростом атомного номера элемента, и для минимизации этого воздействия следует использовать материалы с возможно меньшим атомным номером. Учитывая эти противоречивые требования, становится понятно, что выбор подходящего материала является очень сложной задачей. В ближайшее десятилетие планируется построить международный экспериментальный термоядерный реактор ИТЭР, в котором для защиты первой стенки вакуумной камеры будут использоваться бериллий, вольфрам и углерод.

Поясним, почему графит был выбран в качестве объекта наших исследований, тогда как, например, в ИТЭР менее 50 из 850 м^2 поверхности вакуумных камер токамака и дивертора будет покрыто углеродом. Это связано прежде всего с тем, что графит (и CFC) является пористым материалом и его удельная площадь поверхности существенно больше, чем у прочих материалов, которые предполагается использовать в ИТЭР, и с учетом этого факта площадь поверхности углерода в ИТЭР будет существенно превышать площадь поверхности остальных материалов. В силу пористости графита большинство методов подготовки (кондиционирования) поверхности неприменимо и для такой подготовки возможно использовать только прогрев. В самом деле, широко обсуждаемые в настоящее время методы очистки поверхности в тлеющем разряде [1] или лазерные методы [2] окажутся малоэффективными, так как ионы плазмы не будут проникать в поры и облучать внутреннюю поверхность углеродных материалов. Следует также упомянуть о химической активности углерода, что в атмосфере водорода приводит к образованию летучих углеводородных соединений и загрязнению плазмы.

Углеродные материалы, такие, как мелкозернистый графит, CFC-композит, углеродные пленки, оказывают сильное влияние на газооборот (рециклинг) топлива в плазменных и термоядерных установках. На примере токамака ТМ-Г [3] было показано, что графит даже при комнатной температуре может сорбировать изотопы водорода, которые затем медленно десорбируются. Облучение плазмой графита резко усложняет ситуацию, и в любом случае приходится учитывать графит как неконтролируемый источник газа. Безусловно, предварительная подготовка стенок вакуумной камеры и графита существенно улучшает ситуацию. Понимание того, какие характеристики углеродного материала в первую очередь влияют на газооборот топлива, а также разработка методики улучшения этих характеристик материалов являются важными задачами. Учитывая, что мелкозернистый графит, используемый в термоядерных установках, является пористым и проницаем для газа [4], было бы логично предположить, что пористость, ее тип и связанная с пористостью газовая проводимость графита оказывают существенное влияние на газооборот водорода в термоядерных установках.

В работе проведены измерения пористости и газовой проводимости графита МПГ-8, который используется в токамаке Т-10 в качестве материала лимитера и подвижной диафрагмы.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Установка для измерения газовой проводимости графита. Экспериментальная установка, разработанная для исследования газовой проводимости графита, состоит из двух непрогреваемых вакуумных камер (основной камеры и измерительной камеры) из нержавеющей стали, разделенных изучаемым образцом. Каждая из камер откачивалась отдельным турбомолекулярным насосом с производительностью 500 л/с каждый с отдельными форвакуумными линиями. Схема экспериментального стенда приведена на рис. 1.

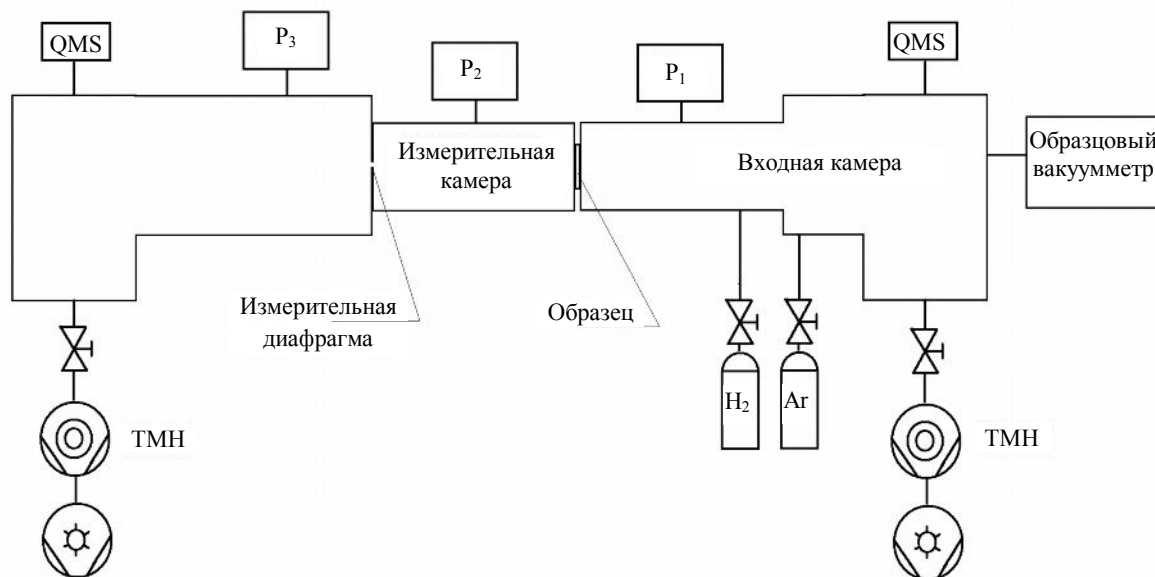


Рис. 1. Схема установки для измерения газовой проводимости графита: P_1, P_2, P_3 — ионизационные вакуумметры; QMS — масс-спектрометры; ТМН — турбомолекулярные насосы

Для контроля вакуумных условий использовались три ионизационных преобразователя ПМИ-10 в разных частях основной и измерительной камер. Состав остаточного газа и газа, прошедшего через образец, контролировался двумя масс-спектрометрами (АПДМ-1 и МХ-703).

Остаточное давление в вакуумных камерах установки составляло 10^{-4} Па. При измерении газовой проводимости в основную камеру напускался молекулярный водород или аргон при давлении от 10^{-2} до 1 Па, таким образом создавался перепад давления с разных сторон исследуемого образца. Газовый поток j , проходящий через образец из основной в измерительную камеру, затем откачивался через калиброванную диафрагму с проводимостью по водороду $S = 2,1$ л/с. Таким образом, измеряя разность давлений $\Delta P_{\text{диафрагм}}$ с разных сторон измерительной диафрагмы, поток газа через диафрагму вычислялся по формуле $j = S \Delta P_{\text{диафрагм}}$.

Методика измерения пористости графита. Определение пористости образцов из графита осуществлялось методом гидростатического взвешивания [5] при комнатной температуре. Была измерена как открытая, так и закрытая пористость образцов.

Суть применённого метода измерения пористости состоит в следующем. Последовательно измеряется вес сухого образца m_1 , вес на воздухе образца m_2 , пропитанного керосином, и вес насыщенного керосином и погружённого в керосин образца m_3 . Все измерения проводились на аналитических весах с точностью $\pm 2,5 \cdot 10^{-5}$ г. При взвешивании образцы подвешивали на тонкой медной проволоке диаметром 0,06 мм, вес которой после измерений вычитался из общего веса. В качестве жидкости для гидростатических измерений был выбран керосин (ГОСТ 10227-86), наиболее часто используемый для этой цели в силу относительно малой его летучести, высокой смачиваемости по отношению к исследуемому материалу и безопасности в обращении.

Для получения величин m_2 и m_3 каждый образец графита выдерживали в керосине в течение одной недели. Такая длительность была выбрана, так как за меньшее время образец не успевает полностью пропитаться керосином, оставляя некоторые открытые поры незаполненными жидкостью. Взвешивание после более длительной выдержки образцов в керосине показало неизменность их веса, что свидетельствовало о полной пропитке графита жидкостью.

Кажущуюся пористость $\rho_{\text{каж}}$ ($\text{г}/\text{см}^3$) рассчитывали по формуле

$$\rho_{\text{каж}} = \frac{m_1 \rho_{\text{ж}}}{m_2 - m_3}, \quad (1)$$

где $\rho_{\text{ж}}$ — плотность керосина при температуре измерения.

Взвешивание образца для получения m_2 проводилось сразу после измерения m_3 . Перед взвешиванием с поверхности образца с помощью фильтровальной бумаги удаляли все капли жидкости, поскольку

из выражения (1) следует, что наличие жидкости на поверхности внесло бы существенную ошибку в измерения. Время между извлечением образца из керосина и его взвешиванием на воздухе было сведено к минимуму (10—15 с). Это позволяло избежать значимых ошибок измерения в результате высыхания образца.

Используя полученные данные, рассчитывали общую пористость

$$\Pi_{\text{общ}} = \left(1 - \frac{\rho_{\text{каж}}}{\rho}\right) 100, \% \quad (2)$$

где ρ — истинная плотность вещества (графита), г/см³, и открытую пористость

$$\Pi_{\text{отк}} = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3} 100, \% \quad (3)$$

По разнице этих двух величин

$$\Pi_{\text{закр}} = \Pi_{\text{общ}} - \Pi_{\text{отк}} \quad (4)$$

определяли закрытую пористость.

Были получены кривые сушки образцов, пропитанных керосином, из которых получалась информация о характере пористости образцов. Для этого вес образца m_2 измерялся каждую минуту в течение 2 ч после извлечения образца из керосина на воздух.

Образцы. В работе использовались образцы мелкозернистого графита МПГ-8, изготовленного в НИИ Графит. Данный тип графита был разработан специально для использования в исследовательских термоядерных установках и характеризуется пониженным содержанием примесей. Согласно спецификации параметры графита следующие: плотность 1,7—1,8 г/см³, сопротивление 10^{-5} Ом·м, теплопроводность 1,67 кал/(м·с·К). Содержание примесей: Si < 3·10⁻⁵%, Fe, Mn, Mg, Al, Cu, Ti, B < 10⁻⁵% [6].

В работе для изготовления образцов использовался как исходный графит МПГ-8, изготовленный из графитового блока, пришедшего от производителя, и не подвергавшийся никаким дополнительным обработкам, так и графит, эксплуатировавшийся в токамаке Т-10 в качестве элемента лимитера. Фотография элемента лимитера приведена на рис. 2.

Образцы изготавливались с помощью металлорежущих инструментов. При изготовлении никакие пасты и смазки не применялись. После изготовления все образцы промывались в спирте в ультразвуковой ванне для удаления с их поверхности графитового порошка.

Для измерения пористости графита изготавливались образцы размером 40×8×3 мм, в которых для фиксации было просверлено одно отверстие диаметром 2 мм (рис. 3).

Для исследования газовой проводимости изготавливался графитовый диск с утолщёнными краями (рис. 4). Вакуумное уплотнение образца осуществлялось с помощью уплотняющего кольца из вакуумной резины, поэтому эксперименты

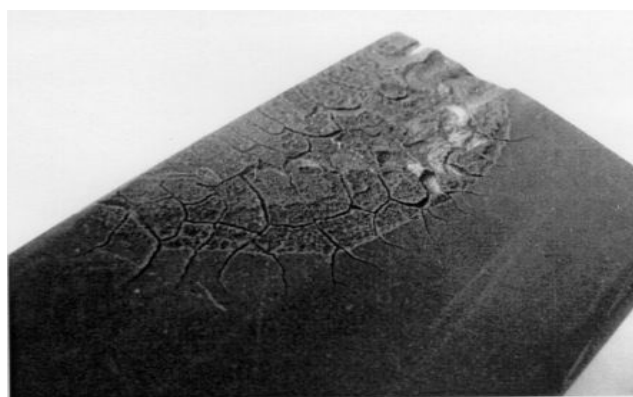


Рис. 2. Фотография графитового блока, облучённого в токамаке Т-10

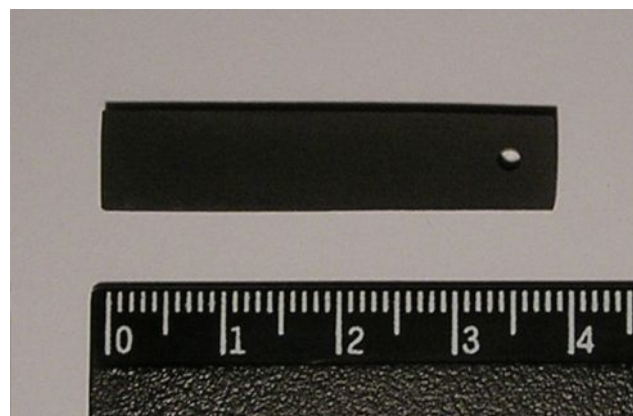


Рис. 3. Фотография образца для измерения пористости

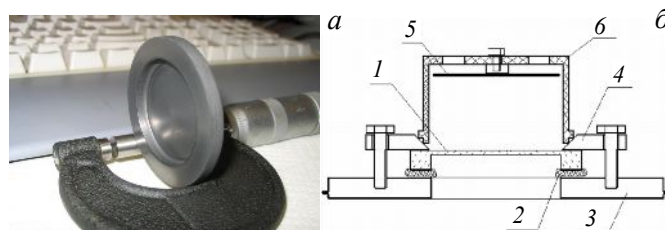


Рис. 4. Фотография (а) и схема (б) образца для измерения газовой проводимости графита: 1 — образец МПГ-8; 2 — вакуумная резина; 3, 4 — фланец; 5 — электрод; 6 — фторопластовый кожух

проводились при комнатной температуре. Эффективная площадь мембраны составляет $A = 0,9 \cdot 10^{-3} \text{ м}^2$ и вычисляется с учетом граничных эффектов по формуле

$$A = \pi(r+d/2)^2, \quad (5)$$

где r — радиус; d — толщина тонкой части образца.

Из графитового блока, использовавшегося на Т-10, на токарном станке был вырезан образец той же формы и размеров, как и описанные ранее (см. рис. 4).

ИЗМЕРЕНИЯ

Измерения газовой проводимости графита МПГ-8. Для исследования параметров газовой проводимости графита были проведены эксперименты с графитовыми мембранами различной толщины (0,8—4,38 мм) при давлении газа в диапазоне от 10^{-2} до 1 Па. В том же диапазоне перепада давлений были проведены измерения газовой проводимости образца толщиной 1,25 мм из графита МПГ-8, облучённого в токамаке Т-10. Измерения проводились с использованием аргона и водорода. Эксперименты с аргоном проводились для определения влияния молекулярной массы газа на величину газовой проводимости образца.

Зависимости проникающего потока от давления аргона и водорода приведены на рис. 5. Можно отметить следующие особенности: величина газовой проводимости пропорциональна разности давления газа с разных сторон мембраны; величина газовой проводимости обратно пропорциональна квадратному корню молекулярного веса газа. Тот факт, что зависимость проникающего потока от давления линейная, а не корневая, говорит о том, что диффузия водорода через мембрану происходит в виде молекул.

На рис. 6 приведена зависимость величины газовой проводимости от толщины. Для снижения возможного влияния погрешности, связанной с переуплотнением образцов, эксперимент проводился с одним образцом без переуплотнения. Последовательность манипуляций с образцом была следующая. Использовался образец толщиной 4,38 мм, обратная поверхность которого была отполирована. Образец был установлен в держатель, затем поэтапно стачивался со стороны входной поверхности резцом без нарушения вакуумного уплотнения. На каждом этапе измерялась газова проводимость образца. Измерения газовой проводимости были проведены при толщине образца 4,38, 3,3, 2,3, 1,5 и 0,8 мм. В отдельных случаях после стачивания образца проводилась полировка обработанной резцом поверхности, и газова проводимость измерялась дважды, до и после полировки.

Из данных рис. 6 можно сделать вывод о том, что поток газа, проникающий через графит, обратно пропорционален толщине образца.

Исходя из измерений зависимости газовой проводимости от давления газа и толщины образца, можно записать проникающий поток j как

$$j = \Delta P \sigma A / d, \quad (6)$$

где σ — удельная газова проводимость графита; ΔP — разность давления газа с лицевой и обратной сторон мембраны. Размерность σ выражается

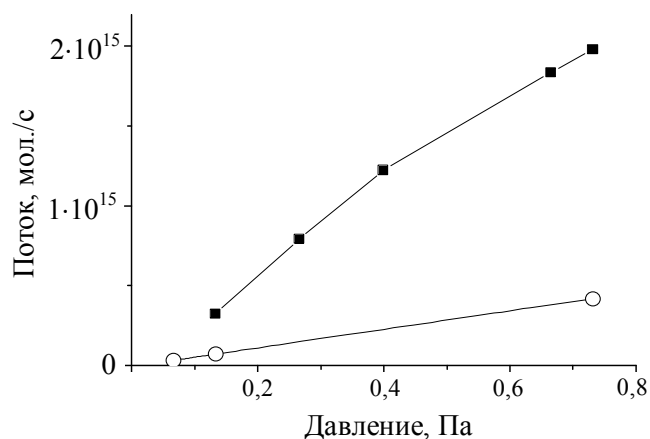


Рис. 5. Поток газа, проникающий через графитовый образец (толщина 1,26 мм, диаметр 30,5 мм), как функция давления H₂: ■ — H₂; ○ — Ar

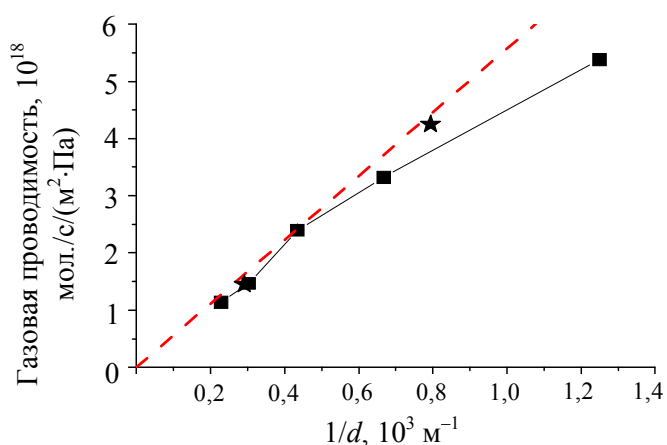


Рис. 6. Газова проводимость графита, отнесённая к давлению газа и площади образца в зависимости от обратной толщины: ■ — отполирована обратная поверхность образца; ★ — образец не полировался

в $\text{мол} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1}$. Таким образом, σ характеризует свойство материала и не зависит от размеров конкретного образца.

Для тонкой графитовой мембраны поверхностные эффекты могут существенно влиять на газовую проводимость. Действительно, как можно видеть на рис. 6, полировка поверхности, обработанной резцом, приводит к уменьшению газовой проводимости для малых толщин образцов графита, тогда как в диапазоне больших толщин никакой разницы не наблюдается. Поверхностные эффекты в данном случае связаны с графитовым порошком, образующимся при полировке и блокирующим выходы каналов у поверхности образца, что, в свою очередь, мешает проникновению водорода через мембрану. Этот эффект заметен для образцов толщиной менее 1,5 мм (см. рис. 6). Для более толстых образцов изменение газовой проводимости поверхностного слоя на фоне более низкой газовой проводимости образца практически незаметно.

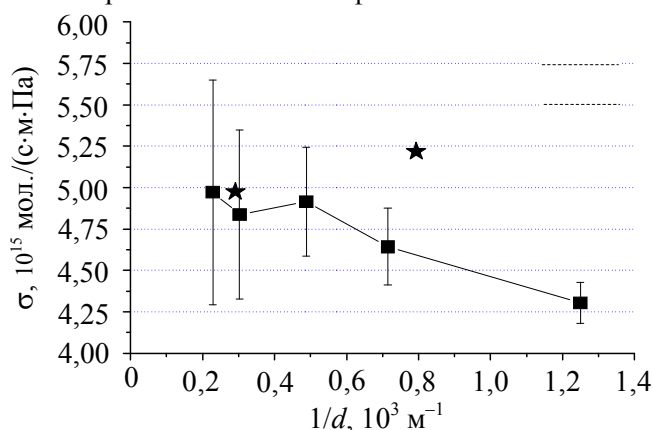


Рис. 7. Удельная газовая проводимость графита МПГ-8, рассчитанная на основании данных рис. 6

На рис. 7 приведена σ как функция обратной толщины графитовой мембраны. Величина $\sigma = 5 \cdot 10^{15} \text{ мол} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1}$ измерена для толщин, когда поверхностные эффекты не оказывают никакого влияния. При меньших толщинах величина σ может быть меньше из-за влияния на измерения закрытых мелкозернистым порошком пор в приповерхностном слое образца.

Зависимости потока газа, проходящего через графит, от перепада давления газа, толщины образца и молекулярной массы проходящего газа не противоречат выводу о том, что поток газа через пористый графит МПГ-8 может быть формально описан как поток газа в молекулярном режиме

через криволинейные каналы, сформированные связанными порами в объёме графита МПГ-8.

Измерения удельной газовой проводимости образца графита, изготовленного из блока, извлеченного из токамака Т-10, дало большее значение удельной газовой проводимости $\sigma = 8 \cdot 10^{15} \text{ мол} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1}$, что говорит о существенном изменении характеристик пор материала.

Измерение пористости графита МПГ-8. Результаты измерения пористости образцов из графита МПГ-8 приведены в таблице. В работе измерялась пористость как исходного графита МПГ-8 (образцы № 1, 2, 3), так и образцов после эксплуатации в токамаке Т-10 (образцы № 4, 5, 6). В таблице также даны значения пористости, усреднённые по серии из трёх измерений. Видно, что у образцов, изготовленных из элемента лимитера Т-10, закрытая пористость практически не меняется, в то же время открытая пористость в 1,15 раза больше по сравнению с исходным материалом. Факт большего значения открытой пористости полностью согласуется с полученными данными по газовой проводимости графита.

Пористость образцов графита МПГ-8

Образец	П _{общ} , %	<П _{общ} >, %	П _{отк} , %	<П _{отк} >, %	$\rho_{\text{каж}}$, г/см ³
№ 1 (исх.)	23,05	23,02	16,32	16,92	1,747
№ 2 (исх.)	23,30	“_“	17,52	“_“	1,741
№ 3 (исх.)	22,73	“_“	17,32	“_“	1,754
№ 1 (отож.)	23,79	23,79	16,26	16,84	1,727
№ 2 (отож.)	23,79	“_“	17,42	“_“	1,727
№ 3 (отож.)	23,79	“_“	16,43	“_“	1,730
№ 4 (обrab. в Т-10)	25,56	25,52	19,91	19,35	1,690
№ 5 (обrab. в Т-10)	25,39	“_“	19,53	“_“	1,693
№ 6 (обrab. в Т-10)	25,64	“_“	18,79	“_“	1,688

Полученные кривые сушки образцов приведены на рис. 8. Показано, что для графита, облучённого в Т-10, для аппроксимации кривых сушки требуются полиномы более высоких степеней, чем для описания кривых сушки исходного графита. Это свидетельствует о наличии у облучённого графита более сложной поровой структуры и, как следствие, более сложной многоступенчатой кинетики сушки.

Перед установкой в токамак конструкционные материалы из углерода часто подвергаются специальной подготовке, которая обычно заключается в высокотемпературном вакуумном отжиге. Для моделирования данной ситуации была измерена пористость тех же образцов, которые использовались в первой части работы (образцы № 1, 2, 3), после вакуумного отжига при 1450 К в течение 20 мин в вакуумной

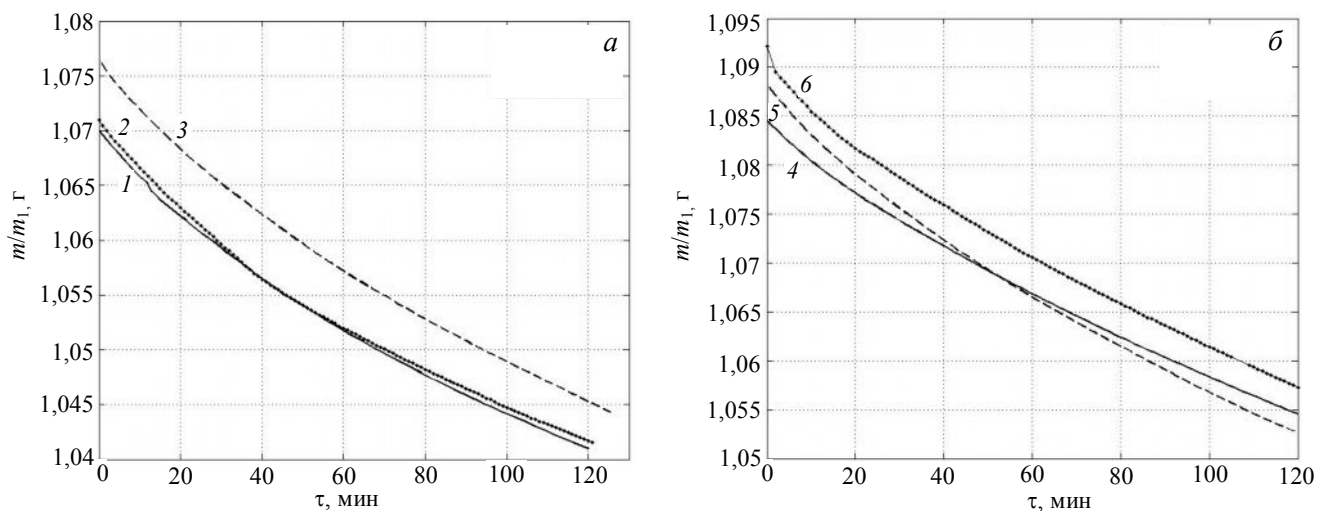


Рис. 8. Кривая сушки образцов графита МПГ-8, пропитанных в керосине: m/m_1 — отношение текущего веса образца к исходному весу сухого образца; *a* — исходный образец; *б* — образец, облучённый в Т-10; 1—6 — образцы графита № 1—6 соответственно камере при давлении не выше $2 \cdot 10^{-3}$ Па. Отжиг проводился в нагревателе, изготовленном из тонкой вольфрамовой фольги и нагреваемом пропусканием постоянного тока. Результаты измерения пористости также приведены в таблице.

Вакуумный отжиг привёл к увеличению только закрытой пористости, что, по-видимому, является следствием удаления летучих соединений из графита в результате отжига. Результаты этого эксперимента позволяют сделать предположение о том, что изменение пористости графита, эксплуатировавшегося в условиях интенсивного плазменного облучения токамака Т-10, не является следствием только прогрева, так как у образцов из Т-10 значительно изменилась и открытая пористость. Наиболее вероятное объяснение такого изменения — образование летучих углеводородных соединений в результате химического взаимодействия графита с молекулярным дейтерием и, как следствие, удаление части атомов углерода из графита. При этом особенно следует подчеркнуть, что образование углеводородов происходит не только на поверхности образца, но и на поверхности пор графита, о чём говорит увеличение открытой (сквозной, а не приповерхностной) пористости образца в 1,15 раза после эксплуатации в токамаке.

ВЫВОДЫ

Показано, что графит МПГ-8 после эксплуатации в Т-10 меняет свои характеристики: увеличиваются его открытая пористость с 17 до 20% и удельная газовая проводимость с $5 \cdot 10^{15}$ до $8 \cdot 10^{15}$ мол./((с·м·Па)). При этом закрытая пористость практически не изменяется.

Вакуумный отжиг графита при 1450 К не меняет величину открытой пористости, наблюдается только увеличение закрытой пористости.

Авторы благодарят Российский Фонд Фундаментальных Исследований (гранты № 05-08-2003а, 08-08-13717 и № 07-08-92280-СИГа) за частичную поддержку данной работы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Rohde V. et al. — J. Nucl. Matt., 2007, vol. 363—365, p. 1369—1374.
2. Grisolia C. et al. — Ibid., p. 1138—1147.
3. Дремин М.М., Павлов Ю.Д., Петров Д.Н., Солнцев А.М., Стефановский А.М., Теребков А.Л. — Физика плазмы, 1987, т. 13, с. 268.
4. Spitsyn A., Pisarev A., Gureev V., Martynenko Yu., Skovoroda A. — J. Nucl. Matt., 2007, vol. 362—365, p. 833—838.
5. Андрианов Н.Т., Беляков А.В., Власов А.С., Гузман И.Я., Лукин Е.С., Мальков М.А., Мосин Ю.М., Скидан Б.С. Практикум по технологии керамики. Под ред. профессора И.Я. Гузмана. Учебн. пособие для вузов. — М.: ООО РИФ «Стройматериалы», 2005. 336 с.
6. Dobrokhotoev E.I., Dremmin M.M., Pavlov Yu.D., Petrov D.P., Solntsev A.M., Stefanovskij A.M., Terebkov A.L., Shcherbak A.F. — In: 9th Intern. Conf. on Plasma Physics and Controlled Fusion. Baltimore, 1982, vol. III, p. 229.

Статья поступила в редакцию 18 февраля 2008 г.
Вопросы атомной науки и техники.
Сер. Термоядерный синтез, 2008, вып. 3, с. 61—67.