

聚变反应堆壁材料钨和钼的表面离子束效应

王玟珉¹ Roth J² Lindig S² Wu C H²

1 (中国科学院上海原子核研究所 上海 201800)

2 (Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, D-85748 Garching, Germany)

摘要 运用扫描电子显微镜 (SEM) 及氦的定量深度分布测量, 系统地研究了在氦离子轰击下金属钨和钼的损伤情况, 特别是钨表面气泡的形成及机制, 以及氦在表面层的滞留量与气泡形成机制之间的关系。D⁺ 能量为 100—1000 eV, 轰击注量为 1×10^{19} — $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。轰击过程中靶表面温度分别控制在室温、600 ℃ 和 800 ℃。研究结果为聚变堆壁材料的选择提供了依据。

关键词 离子轰击, 氦滞留, 表面气泡, W, Mo

中图分类号 TL341, O562

近年来, 重金属钨和钼成为可控核聚变装置壁等部件的重要候选材料。钼的价格比钨低, 但表面溅射率高。钨的表面溅射率低并有好的热性能, 但它价格昂贵, 而且表面层在离子轰击情况下会形成气泡^[1,2] 而导致表面剥层。剥层破坏了表面层与基体之间热接触, 从而引起表面气泡层钨原子的蒸发及材料融化。气泡的形成及氦在气泡中穿过裂缝循环流动会影响氦的传输和俘获。目前国际上研究氦在钨中的滞留时, 同时也发现了氦在钨表面层中扩散深度远远超过了氦离子在钨中的注入射程^[3]。研究气泡形成后氦的俘获深度, 有助于弄清气体在材料空穴中的积累与气泡形成过程的规律。

我们利用氦在表面层的深度分布测量和扫描电子显微镜 (SEM) 对表面结构的观察, 系统地研究了在不同能量、注量及不同靶温度情况下氦离子轰击钨表面气泡的形成与氦的滞留量, 从而了解气泡在钨表面的形成机制及氦的俘获行为。作为比较, 也观察了钼在不同温度下表面结构的离子束轰击效应, 为聚变堆壁材料的选择提供了依据。

1 实验方法

将 99.99% 纯度的钨和钼样品, 制成厚 1 mm, 大小约 12 mm × 14 mm, 表面抛光成镜面。氦离子 D⁺ 轰击能量分别为 1 keV、200 eV、100 eV, 轰击注量分别为 1×10^{19} 、 1×10^{20} 、 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。轰击过程中样品温度分别控制在室温、600 ℃、800 ℃。此外, 考虑到托卡马克中复杂的轰击情况, 进行了双重轰击试验。即在氦离子 D⁺ 轰击之前, 先分别小剂量

注入 4 keV He⁺ 和 100 eV D⁺。所有的离子轰击实验均在一个高束流离子源真空装置中进行^[4]。轰击前, 样品在真空室中被加热至 850 ℃ 并持续 15 min, 以去除样品表面吸附的气体。靶室中剩余气体的压力为 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$, 轰击过程中增加到 7×10^{-5} — $10 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 。轰击前后, 样品在真空室中用一个微天平在线称重, 以求得溅射率。微天平的灵敏度为 $\pm 1 \mu\text{g}$ 。

用 SEM 观察样品轰击后的表面结构, 特别是气泡的形成情况。观察方向与电子探测成 55°, 以增强表面结构的对比度。串列加速器提供的 2.6 MeV He⁺ 用来作为弹性反冲探测 (ERD) 的入射束, 分析氦俘获在钨表面层的深度分布及滞留量。

2 实验结果

2.1 轰击注量的依赖性

1 keV D⁺ 在室温情况下轰击钨样品表面, 轰击注量分别为 1×10^{19} 、 1×10^{20} 、 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。SEM 观察发现, 在所有情况下, 钨表面都生成了气泡。对于 D⁺ 小注量 ($1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-2}$) 的轰击, 生成的气泡数目多而尺寸小, 气泡直径在 0.06—1.5 μm 之间, 大多数为 0.2 μm 左右。对于大注量轰击, 形成的气泡要大得多。在 D⁺ 注量为 $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ 和 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 的轰击情况下, 我们分别发现了大至 55 μm 和 75 μm 的气泡, 而气泡的数目比小注量轰击低四个数量级。这三个样品又分别用 ERD 方法测量氦在钨中的滞留量和深度分布。

图 1 给出了不同 D⁺ 注量注入后氦在钨中的深

第一作者: 王玟珉, 女, 1944 年 3 月出生, 1967 年毕业于清华大学核物理及其应用专业, 副研究员

收稿日期: 2002-07-04

度分布 (1 keV D^+ , 室温情况下)。由图 1 可见, D^+ 注量 $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ 时, 在 50 nm 深度内, 滞留氘的原子密度随注量增加而急剧减小, 然后, 缓慢地逐步减小。室温下钨样品在 1 keV D^+ 轰击至 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 后拍摄的一幅 SEM 图片, 显示了一个气泡顶部的裂口。从这个裂口, 可以看到该气泡顶部壁的厚度约 0.5 μm , 大约是离子射程的 100 倍。对图 1 中曲线进行积分, 可求得钨表面层 350 nm 深度范围内氘的滞留量。当 D^+ 注量为 1×10^{19} 、 1×10^{20} 、 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 时, 氘离子的滞留量分别为 1.5×10^{16} 、 8×10^{15} 、 $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 。该量远小于离子注量, 并随离子注量的增加而减小。

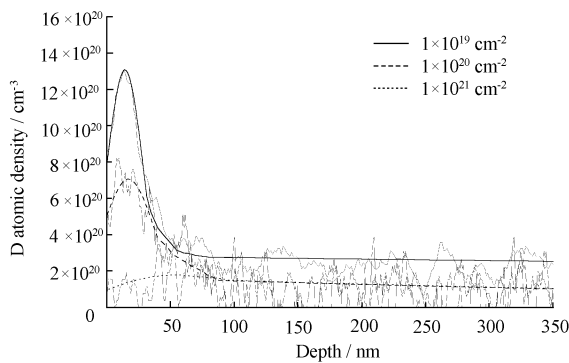


图 1 氘在钨中的深度分布

Fig.1 Depth distribution of deuterium in W

2.2 轰击能量的依赖性

室温下, 100 eV、200 eV、1 keV 的 D^+ 分别轰击钨样品至 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。在所有情况下, SEM 都观察到有表面气泡形成。随着轰击能量的提高, 气泡的尺寸增大, 而数目减少。100 eV 的 D^+ 轰击后, 气泡的数目比 200 eV 和 1 keV 轰击后形成的气泡数目分别高 2 和 3 个数量级。对于 100 eV 的轰击, 气泡直径分布在 0.13—1.9 μm 的范围内, 主要集中在 0.4 μm 左右。对于 200 eV 和 1 keV 的轰击, 气泡直径分别增大到 0.6—9 μm 和 3—75 μm 。

两个没有抛光的钨样品在室温下, 分别用 100 eV、1 keV D^+ 轰击至 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。对于 100 eV 的轰击, 没有观察到气泡的形成; 而 1 keV 轰击后, 只发现 200、150、70、8 μm 四个大气泡。由于表面的粗糙, 没有形成小的气泡。

2.3 温度的依赖性

两个钨样品分别在室温和 800 $^{\circ}\text{C}$ 情况下, 用 1 keV D^+ 轰击至 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。SEM 图片说明, 在高温下, 表面没有生成大气泡。在线的质量测量指

出, 溅射率 (一个离子打出的原子数) 由室温下的 2.62×10^{-3} 增加到 800 $^{\circ}\text{C}$ 下的 3.66×10^{-3} 。在高分辨率 SEM 图中, 我们看到在室温情况下, 表面形成了许多很尖锐的锥体。最高的锥体大约有 0.6 μm 高。这说明表面溅射层至少有 0.6 μm 的厚度, 这个数值接近于由表面溅射率计算而得的数据 (约 0.66 μm)。在 800 $^{\circ}\text{C}$ 情况下, 没有发现锥体结构。不同的温度下有不同的溅射率, 从而使溅射后产生不同的表面结构。

在 600 $^{\circ}\text{C}$ 情况下, 1 keV D^+ 轰击至 $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$, 没有观察到气泡的形成。

2.4 双重轰击

双重轰击在室温下分为两种情况: (1) 预注入 4 keV He^+ , He^+ 注量为 1×10^{17} — $3 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, 然后注入 1 keV D^+ 至 $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$; (2) 预注入 100 eV D^+ 至 $6.3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$, 然后注入 1 keV D^+ 至

$1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。两种情况下, 预注入均使表面形成小气泡。如前所述, 单独的 1 keV D^+ 大注量可在表面形成大气泡。然而, 双重注入后, 表面不仅没有形成大气泡, 而且预注入形成的小气泡也在随后的注入中消失。ERD 测量结果显示, 对于 $\text{He}^+ + D^+$ 和 $D^+ + D^+$ 双重注入, 氘在钨中的滞留量大大增加, 分别是 D^+ 单独注入滞留量的 7.2 倍和 4.2 倍。

2.5 和钼的比较

在室温和 800 $^{\circ}\text{C}$ 情况下, 钼样品被 1 keV D^+ 轰击至 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 。两种情况均没有发现气泡。室温下的溅射率为 8.38×10^{-3} , 800 $^{\circ}\text{C}$ 情况下的溅射率为 1.10×10^{-2} , 分别为钨溅射率的 3 倍。

3 讨论

Scherzer 等^[5]曾研究了在 He 离子轰击金属表面过程中, 表面气泡的形成规律及机制。指出在 He^+ 情况下, 气泡顶部的材料厚度 (Deckeldicke) 大约等于离子在材料中的射程, 而最终气泡的尺寸取决于离子注入层中积聚的压缩应力。

但在我们研究的 D^+ 注入 W 情况下, ERD 显示了注入的氘在钨表面层中扩散深度远远超过了氘离子在钨中的注入射程。SEM 图片显示了气泡顶部壁的厚度约为 0.5 μm , 大约是离子射程的 100 倍。扩散到深层的 D , 被捕获在离子轰击过程中形成的缺陷和错位中。含有缺陷及俘获氘的表面层必经受了很大的应力, 该应力应该是形成气泡的驱动力。大气泡的直径和相应的气泡顶部的壁厚度也符合根据层理论计算的结果。气泡的尺寸随注量的增加而增加, 说明应力层的厚度随着氘离子向深处的扩散而增加。此外, W 原子的总溅射量随着 D^+ 注

量的增加而增加。在 1 keV 情况下, 当 D^+ 注量为 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 时, 由样品的质量损失可以得知, 被溅射掉的表面层厚度大于离子射程。因此, 图 1 中靠近表面处高浓度的氘也同该表面层一起被溅射掉。氘的进一步注入, 没有在近表面形成类似的高浓度积聚。我们认为, 表面溅射以及小气泡的消失, 改变了材料表面结构。例如, 生成了一种微通道, 以释放注入到近表面的氘。

在双重注入试验中, 小剂量 He^+ 及低能 D^+ 的预注入改变了随后注入的氘的俘获条件。预注入在近表面形成小气泡层提供了足够的表面, 可俘获随后注入的 D^+ , 防止了大气泡的生成。在大剂量 D^+ 注入过程中, 该表面层被溅射掉。1 keV 氘, 当 D^+ 注量为 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 时, $1 \mu\text{m}$ 厚度的钨材料被溅射掉。在高注量情况下气泡的消失, 说明小气泡层被溅射掉后, 第二代气泡不再形成。

4 结论

我们系统地研究了氘离子在不同能量、注量情况下对不同温度钨和钼样品的轰击效应。特别是钨表面气泡的形成规律和机制, 以及氘在钨表面层的滞留量。结论如下:

1) 靶温度为室温在 1 keV D^+ 轰击钨情况下, 当 D^+ 注量为 $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ 时, 观察到表面气泡。随着轰击注量的增加, 气泡尺寸增大而数目减少。在采用低能 (100 eV) D^+ 时, 只有在 $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ 大注量轰击情况下, 才能观察到钨表面气泡的形成。

随着轰击能量的提高, 气泡的尺寸增大, 而气泡的数目减少。氘在钨中扩散到远大于离子射程的深度处, 气泡顶部材料的厚度约是离子射程的 100 倍。注入层所承受的应力, 是形成气泡的驱动力。

2) 当钨靶温度为 600 和 800 时, 在不同能量和注量轰击下都没有观察到气泡的形成。

3) 室温下对钨靶的双重注入也避免了气泡的形成, 但氘的滞留量大大增加。

4) 采用钼材料, 在任何情况下, 都没有观察到气泡的形成。

实验的 D^+ 注量率大约为 $10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, 这适合于聚变堆中第一壁的情况。而在 divertor 处所经受的 D^+ 注量率大约为 $10^{19} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, 需要进一步的实验研究。

参考文献

- 1 Haasz A A, Poon M, Davis J W. J Nucl Mater, 1999, 266-269: 520—525
- 2 Venhaus T, Causey R, Doerner R, et al. J Nucl Mater, 2001, 290-293: 505—508
- 3 Alimov V Kh, Ertl K, Roth J. J Nucl Mater, 2001, 290-293: 389—393
- 4 Eckstein W, Gacía-Rosales W, Roth J, et al. IPP report 9/82, Feb. 1993
- 5 Scherzer B M U, in Sputtering by Particle Bombardment II, ed. by Behrisch R, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, 1983

The surface effect of ion beam on plasma-facing materials of W and Mo

WANG Wenmin¹ Roth J² Lindig S² Wu C H²

¹ (Shanghai Institute of Nuclear Research, the Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

² (Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, D-85748 Garching, Germany)

Abstract The surface damage of W and Mo due to D^+ bombardment, especially the blister formation and D retention in the surface layer of W, was systematically studied by means of SEM and D depth-profiling. The bombardment energies are of 100—1000 eV with the D^+ fluence from $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ to $1 \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$. The target temperatures are adjusted at room temperature, 600 °C and 800 °C, respectively, during the bombardment. Possible mechanisms are proposed to describe the observed phenomena.

Key words Ion bombardment, D trapping, Blister formation, W, Mo

CLC TL341, O562