## <u>https://doi.org/10.52676/1729-7885-2021-1-40-47</u> УДК 621.039.55

# ЭКСПЕРИМЕНТЫ ПО ДЕСОРБЦИИ АТМОСФЕРНЫХ ГАЗОВ ИЗ ГРАФИТОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ПЕРВОЙ СТЕНКИ ТОКАМАКА КТМ

Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Гордиенко Ю.Н., Бочков В.С., Самарханов К.К., Толмачев С.В., Слуянов А.Н., Карамбаева И.С.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

E-mail: tulubaev@nnc.kz

В данной статье представлено описание работ по подготовке и проведению экспериментов по газовыделению атмосферных газов из графитовых элементов токамака КТМ (тайлов) в процессе нагрева их до температуры 450–480 °C. Подробно описана конструкция экспериментального устройства применяемого для проведения термодесорбционных экспериментов с графитовыми тайлами токамака КТМ. Описана методика проведения термодесорбционных экспериментов. Приведены зависимости газовыделения из графитовых тайлов от времени в процессе их отжига при линейном нагреве со скоростью 3,5 °C/мин до температуры 450–480 °C в режиме постоянной откачки высоковакуумным насосом. Представлен краткий анализ экспериментальных данных. Предложены рекомендации по технологии подготовки графитовых тайлов перед монтажом их в вакуумную камеру токамака КТМ. *Ключевые слова: графитовые элементы, токамак, десорбция, атмосферные газы, температура, эксперимент*.

# Введение

В настоящее время в мире, в ходе реализации международных проектов по созданию термоядерных реакторов ITER и DEMO, ведутся масштабные исследования свойств конструкционных материалов, способных выдерживать высокие тепловые и радиационные нагрузки. Верхней границей практического использования обращенных к плазме твердых материалов являются тепловые потоки плотностью 5-6 MBт/м<sup>2</sup>. Кроме того, нерешенными являются проблемы загрязнения плазмы тяжелыми примесями и накопления трития в продуктах эрозии конструкционных материалов. В настоящее время было проведено множество работ по исследованию конструкционных материалов внутрикамерных элементов термоядерных реакторов обладающих своими достоинствами и недостатками [1-5]. Одним из таких материалов является графит, обладающий характерными свойствами, позволяющими рассмотреть возможность его использования в термоядерных реакторах. Важным свойством является то, что толерантность плазмы к примесям из углеродных материалов с низким атомным номером намного выше, по отношению к другим твердым конструкционным материалам. Высокая устойчивость графита к тепловому воздействию обеспечивает уникальные варианты конструкции внутрикамерных элементов, а низкое поперечное сечение захвата нейтронов в сочетании с очень низкой активацией может значительно облегчить проблемы технического обслуживания термоядерного реактора, проблему утилизации отходов, охраны окружающей среды и безопасности [6].

В Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ в качестве плазмообращенного материала для защиты первой стенки вакуумной камеры (ВК) от возможных срывов плазменного шнура будет использован графит марки FP-479 производства Schunk Kohlenstoffechnik Gmb, Германия. Одним из важных моментов при выборе режимов работы КТМ являются требования к вакууму в камере установки. Необходимость получения высоко вакуума и оценке изменения вакуумных условий при работе установки, ставит задачу об определении особенностей газовыделения из всех конструкционных элементов вакуумной камеры КТМ. Поэтому, перед облицовкой первой стенки токамака графитом, необходимо было исследовать газовыделения с поверхности графитовых тайлов в процессе их нагрева до температуры отжига ВК КТМ, проводимого в рамках подготовки к плазменным экспериментам. Похожие исследования с применением масс-спектрометрического анализа в свое время проводились для конструкционных материалов термоядерных реакторов JET и ITER [7].

В представленной работе приведены результаты проведенных экспериментов по выделению атмосферных газов из графитовых пластин облицовки токамака КТМ в диапазоне их рабочих температур.

#### 1 ИССЛЕДУЕМЫЙ ОБРАЗЕЦ

В качестве исследуемых образцов были выбраны три графитовых элемента (тайла) первой стенки Казахстанского токамака КТМ. Тайлы были изготовлены из графита марки FP-479 производства Schunk Kohlenstofftechnik Gmbh, Германия. Данная марка графита имеет хорошие теплопроводные свойства, устойчивость к термическому удару, низкую индукционную активность графита и небольшое газообразование, что определяет его преимущество перед другими материалами, используемыми в производстве термоядерных реакторов. Физические свойства графита FP-479 представлены в таблице 1.

Геометрические размеры, масса исследуемых тайлов представлены в таблице 2.

На рисунке 1 для примера представлены фотографии графитовых элементов первой стенки КТМ: КНЗ-13 и КНЗ-14.

Таблица 1.	Физические	свойства	графита	FP-479
------------	------------	----------	---------	--------

Плотность (мг/мм <sup>3</sup> )		
Твердость (склероскоп)		
Удельное сопротивление (МОм/м)	13	
Размер зерен (микрон)	50	
Предел прочности (МПа)	12	
Коэффициент теплопроводности (Вт/(м·К))		
Температурный коэффициент линейного расширения (1/К)	5,0.10-6	

Таблица 2. Параметры исследуемых образцов

№ п.п.	Ofeeneneumo	Геомет			
	образца	сторона <i>а</i> , мм	сторона в, мм	сторона <i>с</i> , мм	Масса, г
1	Образец КНЗ-12	87,5	89,0	18,0	197,423
2	Образец КНЗ-13	88,0	89,5	18,0	198,326
3	Образец КНЗ-14	87,5	88,5	18,0	196,911



а) образец КНЗ-13



б) образец КНЗ-14

Рисунок 1. Фотографии исследуемых графитовых элементов первой стенки токамака КТМ

# **2** Экспериментальная установка, условия и методика проведения экспериментов

## 2.1 Экспериментальная установка

Эксперименты по исследованию газовыделения из графитовых пластин облицовки КТМ проводились на экспериментальной установке ВИКА. На рисунке 2 представлена принципиальная схема и общий вид установки, подробное описание установки приведено в работе [8]. Для проведения экспериментов с графитовыми тайлами токамака КТМ была разработана и изготовлена специальная сменная вакуумная камера, которая затем была смонтирована (подсоединена) на экспериментальную установку ВИКА. На рисунке 3 показаны этапы изготовления камеры. На камере установлены два омических нагревателя, напряжение на которые подавалось от двух разных источников в соответствии с программой проведения экспериментов.



а) принципиальная схема



б) общий вид

 1 – масс-спектрометр, 2 – рабочая камера, 3 – датчик давления, 4 – сменная камера, 5 – натекатель, 6 – система очистки газов,
7 – фильтр Pd – Ag, 8 – буферная емкость, 9 – азотная ловушка, 10 – форвакуумные насосы, 11 – магниторазрядные насосы, 12 – турбомолекулярный насос

Рисунок 2. Экспериментальная установка ВИКА

Для регистрации температуры стенок камеры и исследуемого образца использовались три термопары типа ХА. Две термопары были установлены с внешней стороны камеры (одна термопара устанавливалась на дно камеры, другая на стенке камеры на расстоянии 50 мм от дна), третья термопара была заведена внутрь камеры и крепилась непосредственно на исследуемом образце.

На рисунке 4 представлены фотографии графитового тайла с закрепленной термопарой перед загрузкой в вакуумную камеру и размещение тайла внутри вакуумной камеры установки ВИКА перед проведением экспериментов.



а) корпус камеры



б) установка нагревателей





в) установкатеплоизолятора

г) готовая камера, смонтированная на установку ВИКА





а) место крепления термопары
на графитовом тайле



 б) общий вид верхнего фланца камеры и внутренней термопары, закрепленной на тайле



в) размещение образца на дне камеры

Рисунок 4. Общий вид графитового тайла с закрепленной термопарой перед проведением экспериментов



а) общий вид печи



б) размещение образцов в печи





 в) вид печи во время сушки образцов

### 2.1 Условия проведения экспериментов

Образцы КНЗ-13 и КНЗ-14 перед загрузкой в камеру установки ВИКА были тщательно протерты безворстной бязью, обильно смоченной в спирте и затем прогреты в специально созданной печи в течение 30 минут при температуре от 150 °C до 200 °C в атмосфере воздуха. После охлаждения образцы были упакованы (запаяны) в полиэтиленовый пакет и распаковывались при загрузке их в камеру для проведения экспериментов. Образец КНЗ-12 перед загрузкой в камеру не подвергался никакой предварительно подготовке. На рисунке 5 показан общий вид изготовленной портативной печи и размещение образов в печи во время сушки.

#### Условия проведения экспериментов:

Температурный интервал нагрева – от 20 °С до 480 °С; Скорость линейного нагрева – 3,5 °С/мин; Количество экспериментов:

- с КНЗ-12 2 (2-ой через 36 дней после 1-го);
- с КН3-13 2 (2-ой через 14 дней после 1-го);
- с КНЗ-14 2 (2-ой через 31 дней после 1-го);

Давление в камере при непрерывной откачке турбомолекулярным насосом – не более 3,5 торр; Сушка образцов в печи после протирки спиртом:

- время сушки 30 минут;
- температура от 150 °С до 160 °С.

## 2.3 Методика проведения экспериментов

Эксперименты по исследованию газовыделения из графитовых тайлов проводились методом термодесорбции в несколько этапов:

- 1. Первый этап (первый нагрев/отжиг):
- эксперимент с пустой камерой;
- эксперимент с образцом КНЗ-12;
- эксперимент с образцом КНЗ-13;
- эксперимент с образцом КНЗ-14;

2. Второй этап: (повторный отжиг после некоторого времени выдержки образцов в герметичной упаковке на атмосфере)

- эксперимент с пустой камерой;
- эксперимент с образцом КНЗ-13;
- эксперимент с пустой камерой;
- эксперимент с образцом КНЗ-14;
- эксперимент с образцом КНЗ-12;

Все эксперименты, кроме первого отжига пустой камеры проводились по одному сценарию, а именно:

 первый нагрев пустой камеры проводился при скорости 5 °С/мин до температуры 560 °С-580 °С в режиме непрерывной откачке объема камеры турбомолекулярным насосом.

2) после загрузки образца, камера откачивалась до давления 5·10<sup>-4</sup>–7·10<sup>-4</sup> торр и проводилась проверка верхнего фланцевого соединения на герметичность методом обдува гелием.



#### Рисунок 6. Масс-спектры остаточных газов в объеме камеры с образцом КН3-12 при отжиге пустой камеры, до отжига образца и при температуре образца 100 °C и 200 °C

3) запускалась вся регистрирующая аппаратура (регистрация температуры образца, давления в камере, масс-спектрометрическая регистрация оставшихся газов в объеме над образцом;

4) проводился линейный нагрев образца (стенок камеры) до температуры 460 °C–480 °C со скоростью 3 °C/мин при непрерывной откачке турбомолекулярным насосом и масс-спектрометрической регистрации выделяющихся из образца газов.

5) после выхода на максимальную температуру образец отжигался еще около 2,5 часов, также при непрерывной откачке и регистрации масс-спектров остаточных газов в объеме камеры с образцом.

6) охлаждался образец естественным образом после выключения нагрева камеры в режиме откачки.

# 3 Результаты экспериментов

В результате проведенных экспериментов с тремя графитовыми тайлами были получены зависимости изменения давления от времени в объеме вакуумной камеры в процессе отжига (рисунки 7, 9 и 11). В процессе отжига тайлов при температурах 100 °С и 200 °С были зарегистрированы масс-спектры газовой среды в объеме камеры с отжигаемым тайлом (рисунки 6, 8 и 10).



Рисунок 7. График изменения общего давления в камере и температуры стенок камеры и графитовой пластины КНЗ-12 за время отжига



Рисунок 8. Масс-спектры остаточных газов в объеме камеры с образцом КНЗ-13 при пустой камере, до отжига образца и при температуре образца 100 °C и 200 °C



Рисунок 10. Масс-спектры остаточных газов в объеме камеры с образцом КНЗ-14 при отжиге пустой камеры, до отжига образца и при температуре образца 100 °C и 200 °C

## 4. Анализ результатов экспериментов

Анализ температурных зависимостей парциальных давлений газовых соединений, дающих основной вклад в общее давление в камере с исследуемым образцом во время отжига образцов. позволил выделить следующие моменты:

 характер выделения из графитовых тайлов КНЗ-13 и КНЗ-14 для большинства газовых соединений идентичен (наблюдается 100% повторяемость);



Рисунок 9. График изменения общего давления в камере и температуры стенок камеры и графитовой пластины КНЗ-13 за время отжига



Рисунок 11. График изменения общего давления в камере и температуры стенок камеры и графитовой пластины КНЗ-14 за время отжига

– выделение паров воды, в случае с образцом КНЗ-12 (образец без предварительно промывки спиртом) интенсивно происходит при температуре образца от 50 °C до 80 °C, в то время как для образцов КНЗ-13 и КНЗ-14 (образцы, обработанные спиртом и просушенные) интенсивное выделение воды происходит в диапазоне температур от 110 °C до 270 °C. Общее количество паров воды, выделившихся из образцов КНЗ-12, КНЗ-13 и КНЗ-14 при первом отжиге, примерно одинаковое; – предварительная подготовка образцов КНЗ-13 и КНЗ-14 (протирка спиртом и сушка на атмосфере) привела к «развитию» поверхности (пористой структуры) тайла, что в свою очередь повлияло на сорбирующие свойства образцов, в частности наблюдается интенсивное насыщение этих образцов азотом и кислородом из атмосферы воздуха. Данный факт подтверждается выделением соединение с а.е.м. М14 (ионы N<sup>++</sup><sub>2</sub> и N<sup>+</sup>) и M28 (N<sub>2</sub><sup>+</sup>) в процессе отжига при температурах образца от 200 °С до 400 °С (рисунки 12 и 13). Кислород из атмосферы, насыщенный образцами КНЗ-13 и КНЗ-14 после предварительной



Рисунок 12. Кинетика выделения М14



Рисунок 14. Кинетика выделения М44

обработки, провзаимодействовал с освободившемся углеродом, и при отжиге выходит в виде соединений СО (а.е.м. M28) и СО<sub>2</sub> (а.е.м. M44) (рисунки 13 и 14).

На рисунке 15 показано общее газовыделение в экспериментах по отжигу графитовых тайлов, построенное по сумме пиков характерных а.е.м. на масс-спектрах (в диапазоне от М2 до М99), зарегистрированных с помощью квадрупольного масс-спектрометра RGA-100. В таблице 3 представлены значения максимума газовыделения и интегральное значение (площадь под кривой), полученное в результате проведенных экспериментов (согласно рисунку 15).



Рисунок 13. Кинетика выделения М28



Рисунок 15. Общее газовыделение в экспериментах по отжигу графитовых пластин, построенное по сумме пиков характерных масс на масс-спектрах (в диапазоне от M2 до M99), зарегистрированных с помощью масс-спектрометра RGA-100

Дата проведения	Образец	Максимальное значение газовыделения		Интеграл (площадь
экспери- мента		Пик, торр	Температура, °С	под кривой)
12.05.2020	KH3-12	1,19.10-4	481	2,04356
13.05.2020	КНЗ-13, первый нагрев	1,25.10-4	307	1,99650
14.05.2020	КНЗ-14, первый нагрев	1,22.10-4	306	1,94262
01.06.2020	пустая камера перед вторым нагревом об- разца КНЗ-13	1,04·10-4	456	1,03127
03.06.2020	КНЗ-13, второй нагрев	1,31·10-4	240	1,96500
17.06.2020	КНЗ-14, второй нагрев	1,17.10-4	421	1,91091
22.06.2020	КНЗ-12, второй нагрев	1,11.10-4	442	1,94505

Таблица 3. Параметры газовыделения, полученные в экспериментах по отжигу графитовых тайлов

Согласно рисунку 15 и интегральным значениям газовыделения, представленным в таблице 3, можно сделать вывод, что предложенные предварительные процедуры по подготовке графитовых тайлов к установке в токамак КТМ, а именно промывка в спирте с последующей сушкой образцов и их предварительный отжиг при температурах от 450 °C до 480 °C не дают существенных положительных факторов перед установкой графита в камеру КТМ.

# Заключение

В результате проведенных экспериментов с графитовыми элементами облицовки КТМ были получены зависимости газовыделения из графитовых тайлов от времени в процессе их отжига при линейно нагреве со скоростью 3,5 °С/мин и выдержке их при температуре от 450 °С до 480 °С в режиме постоянной откачки высоковакуумным турбомолекулярным насосом. Было выявлено, что газовыделения с поверхности графитовой пластины облицовки токамака КТМ обусловлено в основном газами с большими массовыми числами (характерными для углеводородных соединений).

Анализ полученных результатов показал, что предварительная подготовка образцов (протирка и сушка их на атмосфере при температуре от 150 °С до 170 °С) приводит к развитию пористой структуры поверхности исследуемых образцов и улучшению сорбирующих свойств по отношению к атмосферным газам. Данное обстоятельство является негативным фактором, который может вызвать повышенное газовыделение в камере токамака КТМ.

Результаты экспериментов по повторному нагреву графитовых тайлов после нескольких дней выдержки их в не герметичной упаковке на атмосфере, не показали каких-либо качественных отличий в характере газовыделения из исследуемых образцов в процессе их отжига. Таким образом, в качестве рекомендации по технологии подготовки графитовых тайлов для монтажа в вакуумную камеру токамака КТМ можно выделить следующее:

 установку графитовых тайлов проводить в соответствии с соблюдением вакуумной гигиены (при полном переодевании, с использованием безворстных перчаток, в респираторах и т. д.);

 устанавливать графитовые тайлы в камеру КТМ без каких-либо предварительных процедур (промывки в спирте, сушке и т.д.). При необходимости, (нарушении защитной упаковки хранения тайлов) графит следует бережно протереть мягкой тканью, смоченной в этиловом спирте, до устранения загрязнений.

Работа выполнена в рамках реализации НТП КТМ по теме «Разработка и экспериментальное обоснование инновационных технологий для создания термоядерного реактора».

## ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Mazzitell, G. FTU results with a liquid lithium limiter / G. Mazzitelli [et al.] // Nuclear Fusion. – Vienna: IAEA, 25 May 2011. – Vol. 51, No. 7.
- Kugel, H.W. NSTX plasma operation with a Liquid Lithium Divertor. / H.W. Kugel [et al.] // Fusion Engineering and Design. – 10 October 2012. – Vol. 87. – P. 1724– 1731.
- Zharkov, M.Yu. Development of Lithium CPS Based Limiters for Realization of a Concept of Closed Lithium Circulation Loop in Tokamak / M.Yu. Zharkov [et al.] // Physics Procedia. – 2015. – Vol. 71. – P. 47–51.
- R.A. Pitts Physics basis for the first ITER tungsten divertor / R.A. Pitts [et al.] // Nuclear Materials and Energy, 100696. https://doi.org/10.1016/j.nme.2019. 100696
- Brezinsek S. Plasma-surface interaction in the Be/W environment: Conclusions drawn from the JET-ILW for ITER / S. Brezinsek // Journal of Nuclear Materials Volume 463, August 2015, Pages 11–21.
- Engle G.B., Kelly B.T. Radiation damage of graphite in fission and fusion reactor systems / G.B. Engle, B.T. Kelly // Journal of Nuclear Materials Volume 122, Issues 1–3, 2 May 1984, Pages 122–12.
- Liga Avotina Spectrometric analysis of inner divertor materials of JET carbon and ITER-like walls / Liga Avotina [et al.] // Volume 146, Part A, September 2019, P. 82–86.
- Кульсартов, Т.В. Термодесорбционные исследования выхода трития из облученной керамики Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> / Т.В. Кульсартов, И.Л. Тажибаева, Е.А. Кенжин // Доклады VII межд. конф. «Ядерная и радиационная физика, Алматы, 08–11 сентября 2009 г.», Алматы, НЯЦ РК, 2010, с. 306–310. [Kul'sartov, T.V. Termodesorbtsionnye issledovaniya vykhoda tritiya iz obluchennoy keramiki Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> / T.V. Kul'sartov, I.L. Tazhibaeva, E.A. Kenzhin // Doklady VII mezhd. konf. "Yadernaya i radiatsionnaya fizika, Almaty, 08–11 sentyabrya 2009 g.", Almaty, NYaTs RK, 2010, p. 306–310].

# КТМ ТОКАМАГЫНЫҢ БІРІНШІ ҚАБЫРҒАСЫНЫҢ ГРАФИТ ЭЛЕМЕНТТЕРІНЕН АТМОСФЕРАЛЫҚ ГАЗДАРДЫҢ ДЕСОРБЦИЯСЫ БОЙЫНША ЭКСПЕРИМЕНТТЕР

Е.Ю. Тулубаев, Ю.В. Понкратов, Ю.Н. Гордиенко, В.С. Бочков, Қ.Қ. Самарханов, С.В. Толмачев, А.Н. Слуянов, И.С. Карамбаева

# ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Бұл мақалада КТМ токамағының графитті элементтерінен (тайлдар) атмосфералық газдарды 450–480 °С температураға дейін қыздыру кезінде газ бөлу бойынша эксперименттерді дайындау және жүргізу бойынша жұмыстардың сипаттамасы берілген. Жұмыста КТМ токамағының графитті тайлдарымен термодесорбциялық эксперименттер жүргізу үшін қолданылатын эксперименттік құрылғының конструкциясы сипатталған. Термодесорбциялық эксперименттерді жүргізу әдістемесі сипатталған. Жоғары вакуумды сорғымен үздіксіз сорғы режимінде 3,5 °С/мин жылдамдықпен 450–480 °С температураға дейін желілік қыздыру кезінде графит тайлдарынан газдың бөлінуіндегі уақытқа тәуелділігі келтірілген. Тәжірибелік мәліметтерге қысқаша талдау берілген. Графит тайлдарын КТМ токамағының вакуумдық камерасына орнатпас бұрын дайындау технологиясы бойынша ұсыныстар ұсынылған.

Түйін сөздер: графит элементтері, токамак, десорбция, атмосфералық газдар, температура, эксперимент.

# EXPERIMENTS ON DESORPTION OF ATMOSPHERIC GASES FROM GRAPHITE ELEMENTS OF THE KTM TOKAMAK'S FIRST WALL

Ye.Yu. Tulubayev, Yu.V. Ponkratov, Yu.N. Gordienko, V.S. Bochkov, K.K. Samarkhanov, S.V. Tolmachev, A.N. Sluyanov, I.S. Karambayeva

# Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

This article describes the preparation and conduct of experiments on atmospheric gas release from graphite elements (tiles) of the KTM tokamak during their heating to a temperature of 450–480 °C. The paper describes the design of the experimental device used for thermal desorption experiments with graphite tiles of the KTM. The method of conducting thermal desorption experiments is described. The time dependence of gas release from graphite tiles during their annealing at linear heating at a rate of  $3.5 \,^{\circ}$ C/min to a temperature of  $450-480 \,^{\circ}$ C in the constant pumping mode with a high-vacuum pump are given. A brief analysis of experimental data is presented. Recommendations on the technology of preparing graphite tiles before their mounting in the vacuum chamber of the KTM tokamak are proposed.

Keywords: graphite elements, tokamak, desorption, atmospheric gases, temperature, experiment.