

УДК 533.9.072

## ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОГРАММИРУЕМОГО НАГРЕВА ОБРАЗЦОВ НА ИМИТАЦИОННОМ СТЕНДЕ С ПЛАЗМЕННО-ПУЧКОВОЙ УСТАНОВКОЙ

Туркач А.А., Гановичев Д.А., Туленбергенов Т.Р., Соколов И.А., Ермаков В.А.

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

В данной работе представлена разработка способа программируемого линейного нагрева исследуемых образцов с заданной скоростью, с помощью управления блоком питания электронной пушки Spellman имитационного стенда с плазменно-пучковой установкой. Полученные результаты позволили оценить возможность проведения ТДС (термодесорбционного) анализа на имитационном стенде с ППУ без извлечения образцов после насыщения.

### ВВЕДЕНИЕ

Одной из задач получения надежных данных о результатах взаимодействия плазмы с материалами ТЯР является проведение методически корректных экспериментов по исследованию газовой выделенности из исследуемых образцов, подвергнувшихся ионному облучению.

Для различных методик исследования газовой выделенности из образцов после ионного облучения были определены основные моменты, которые влияли на качество получаемых данных. Кратко перечислим их:

Предварительное насыщение образца должно проводиться в контролируемых условиях т.е. должна быть достоверная информация об основных параметрах облучения:

- геометрия облучения;
- данные о параметрах ионного потока (плотность ионного потока, энергетический спектр ионного потока);
- данные о температуре облучаемого образца;
- данные о времени облучения.

Процедуры пост-облучательной подготовки образцов к экспериментам по газовой выделенности должны быть оптимальными с точки зрения получения максимальной достоверной информации в экспериментах по газовой выделенности. Согласно многочисленным исследованиям здесь оказалось важным следующее:

- время выдержки образцов после облучения до экспериментов по газовой выделенности должно быть минимально возможным;
- не желателен контакт облученного образца с атмосферными газами.

Эксперименты по газовой выделенности из облученных образцов должны проводиться в условиях, позволяющих корректно определить газовый поток из исследуемого образца в зависимости от его температуры.

В работе «Предварительные экспериментальные исследования термодесорбции кандидатных материалов ТЯР на имитационном стенде с ППУ» представленной на XVI конференции-конкурсе НИОКР молодых ученых и специалистов НЯЦ РК, была под-

тверждена и продемонстрирована возможность проведения термодесорбционного анализа на имитационном стенде.

В ходе проведенных работ были сформулированы важные задачи, решение которых могло бы существенно улучшить качество комплексных материаловедческих исследований на ППУ, одна из которых создание системы линейного нагрева образца электронным пучком, с целью реализации экспериментов по термодесорбции образцов в режиме линейного нагрева.

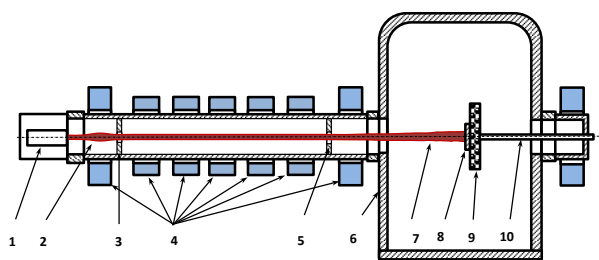
Поэтому в рамках настоящей работы были проведены экспериментальные исследования по оценке возможности осуществления термодесорбционного анализа в режиме линейного нагрева.

### 1. ОПИСАНИЕ ПЛАЗМЕННО-ПУЧКОВОЙ УСТАНОВКИ

Основными элементами плазменно-пучковой установки, показанной на схеме рисунка 1, являются электронная пушка (плазмоденератор), камера плазменно-пучкового разряда (ППР), камера откачки плазмоденератора, труба откачки плазмоденератора, вакуумная камера взаимодействия, катушки плазмоденератора, мишенное устройство, шлюзовое устройство и камера загрузки [2].

Плазменно-пучковая установка спроектирована для получения следующих параметров плазменного потока:

- диаметр плазменного потока перед мишенью – до 30 мм;
- напряженность магнитного поля, создаваемая на оси генератора, – 0,1 Тл;
- напряженность магнитного поля в районе электронной пушки – примерно 0,02 Тл;
- величина тока в плазме – до 1 А;
- концентрация плазмы водорода и гелия в пучке диаметром 1 см –  $\sim 10^{12} \text{ см}^{-3}$ ;
- электронная температура плазмы – 3–30 эВ;
- энергия ионов – 10–100 эВ;
- плотность ионного потока –  $\sim 10^{22} \text{ м}^{-2}\text{с}$ ;
- плотность теплового потока (в электронном пучке) – до 40 МВт/м<sup>2</sup>.



1 – электронная пушка; 2 – камера плазменно-пучкового разряда; 3,5 – диафрагма; 4 – электромагнитные катушки; 6 – камера взаимодействия; 7 – электронный пучок; 8 – образец; 9 – графитовая мишень; 10 – узел крепления мишени.

*Рисунок 1. Схема плазменно-пучковой установки имитационного стенда*

Функционирование имитационного стенда обеспечивается следующими системами:

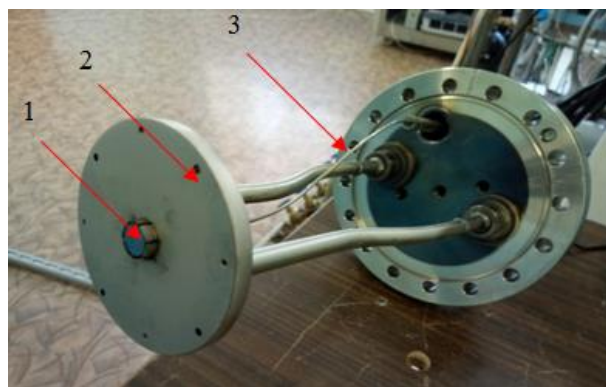
- вакуумной системой (системой откачки) и системой напуска газов в камеру ППР;
- электрической системой (для подачи напряжения к устройствам и механизмам, входящим в состав стенда, таким, как плазмогенератор, электромагнитная система, насосы вакуумной системы и др.);
- системой охлаждения элементов стенда водой;
- системой информационно-измерительной (выполняющая функции представления измерительной информации при контроле параметров технологических систем стенда имитационных испытаний);
- системой диагностики ППР (для определения параметров электронного и плазменно-пучкового разряда).

Принцип работы установки: электронная пушка формирует аксиально-симметричный электронный пучок. Катод пушки подогревается электронной бомбардировкой с нити подогревателя. Электронный пучок взаимодействует с рабочим газом в разрядной камере, образуя плазменный шнур. Плазменный разряд попадает на образец испытываемого ма-

териала, размещенный на мишенном устройстве, расположенном в камере взаимодействия.

## **2. УСЛОВИЯ И ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ЭКСПЕРИМЕНТА**

При проведении экспериментов образец вольфрама размерами диаметр 10 мм, толщина 1 мм, устанавливался в мишенное устройство охлаждаемого коллектора. Предварительно было высверлено углубление 0,9 мм для установки термопары типа ХА (хромель-алюмелевая) на обратной стороне образца. Расположение образца в мишенном устройстве изображено на рисунке 3.



1 – образец, 2 – мишенный узел, 3 – термопара типа ХА.

*Рисунок 3. Расположение образца на мишенном устройстве*

Выбор вольфрамового образца был обусловлен его свойствами. Согласно литературным данным о растворимости изотопов водорода в данном материале, следует, что данный материал (наряду с молибденом и рядом других тугоплавких металлов и сплавов) обладает одним из самых низких значений константы растворимости (меньше, чем в нержавеющей стали, на более чем 2 порядка). В связи с этим целесообразно проведение экспериментов по линейному нагреву с применением внедряемой программы именно с вольфрамовым образцом.



1 – камера ЭЛП; 2 – ЭЛП; 3 – электромагнитные катушки; 4 – зонд Ленгмюра; 5 – камера плазменно-пучкового разряда; 6 – камера взаимодействия; 7 – камера загрузки образцов.

*Рисунок 2. Общий вид плазменно-пучковой установки имитационного стенда*

**ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРОГРАММИРУЕМОГО НАГРЕВА ОБРАЗЦОВ НА ИМИТАЦИОННОМ СТЕНДЕ С ПЛАЗМЕННО-ПУЧКОВОЙ УСТАНОВКОЙ**

Таблица 1. Режимы линейного нагрева образца электронным пучком

№ режима	Ограничение по напряжению Spellman, В	Ток Spellman, мА	Скорость нагрева, °С/с	Время нагрева, с	Уставка температуры нагрева, °С
1	5000	400	1	1000	1000
2	5000	400	5	200	1000
3	5000	400	10	100	1000

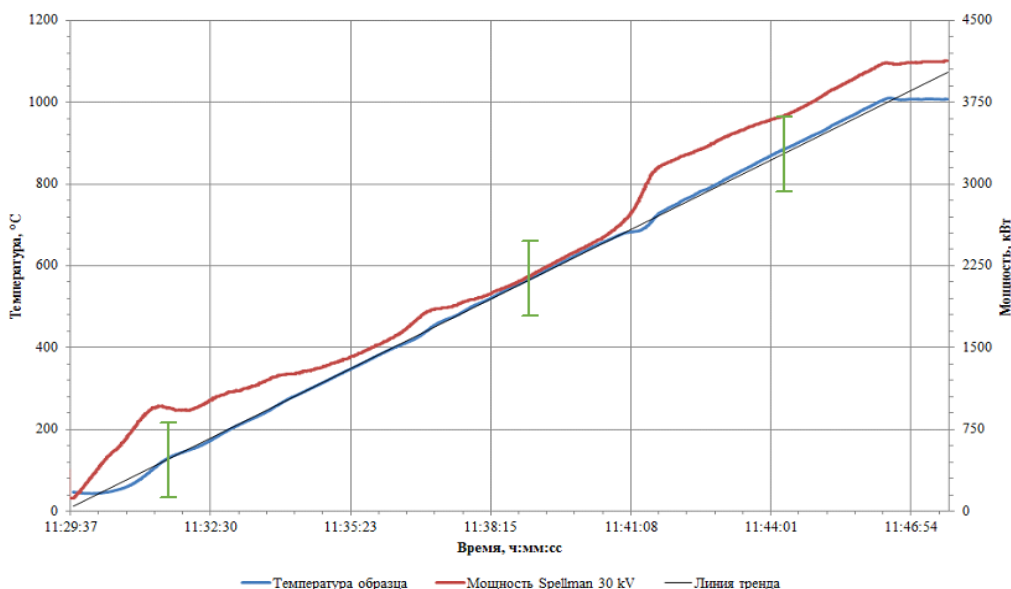


Рисунок 4. График линейного нагрева образца вольфрама со скоростью 1 °С/с.

Перед проведением эксперимента осуществлялось вакуумирование полости камер взаимодействия и электронно-лучевой пушки (ЭЛП) при помощи форвакуумного насоса до давления  $1 \times 10^{-3}$  Торр. Рабочее давление достигалось турбомолекулярными насосами, которое составляло  $2,84 \times 10^{-6}$  Торр и  $5,42 \times 10^{-5}$  Торр соответственно. Произведена подача воды в тракты охлаждения электромагнитной системы, анода пушки, диафрагмы дифференциальной откачки, мишени и трубы ППР. Осуществлена настройка напряжения нити прямого накала катода на 5 В и ток косвенного подогрева катода 300 мА. Для формирования электронного пучка электромагнитным полем, на блоки питания Genesys подавался ток: катушка № 1 – напряжение 5,7 В, ток 400 А; катушки № 2-6 – напряжение 8,27 В, ток 400 А; катушка № 7 – напряжение 5,67 В, ток 400 А. Режимы линейного нагрева образца электронным пучком представлены в таблице 1.

**3. ОБРАБОТКА И АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА**

В результате проведения экспериментов по линейному нагреву вольфрамового образца электронным пучком были построены графики зависимости скорости нагрева от времени.

Условно проведение экспериментов можно разделить на 3 этапа. На первом этапе образец подвергся нагреву электронным пучком со скоростью 1 °С/с. Время нагрева образца составляло 1000 секунд. Установлены следующие значения коэффициентов составляющих ПИД-регулятора: 1) Пропорциональная составляющая – 0,00012, 2) Интегральная составляющая – 0,6, 3) Дифференциальная составляющая – 0,00673. Максимальное значение температуры образца достигло отметки 1009 °С. На рисунке 4 можно наблюдать достаточную линейность нагрева.

На втором этапе экспериментов облучение образца в условиях линейного нагрева проводилось со скоростью 5 °С/с (рисунок 5). Время нагрева составляло 200 секунд. Установлены следующие значения коэффициентов составляющих ПИД-регулятора: 1) Пропорциональная составляющая – 0,0002, 2) Интегральная составляющая – 0,8, 3) Дифференциальная составляющая – 0,00754.

Максимальное значение температуры образца составило 1014 °С. Как видно на рисунке 5, согласно построенным планкам погрешности, максимальное отклонение от заданных параметров температуры вошло в диапазон 10 % погрешности.

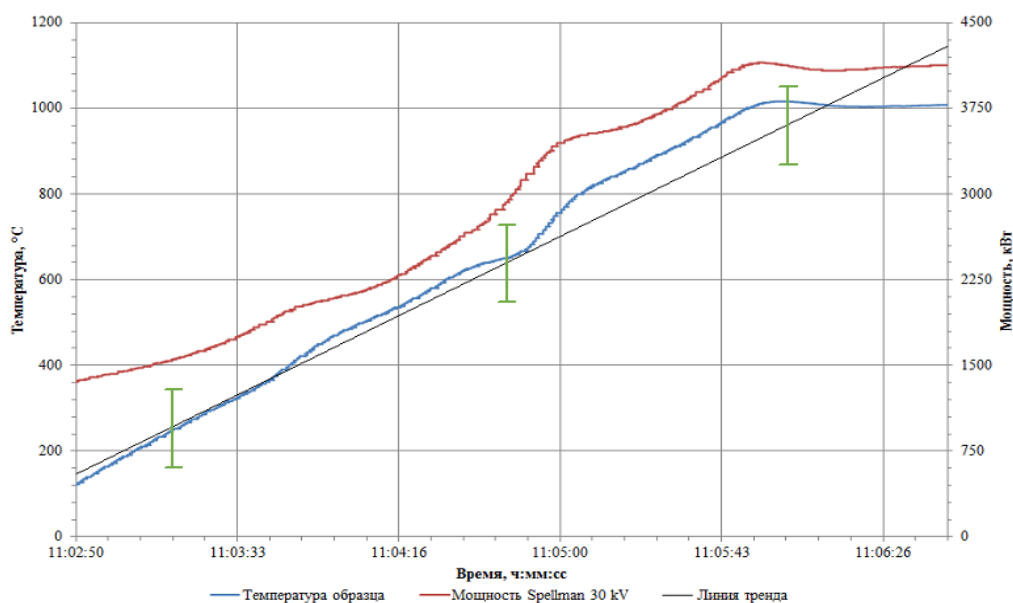


Рисунок 5. График линейного нагрева образца вольфрама со скоростью 5 °C/c

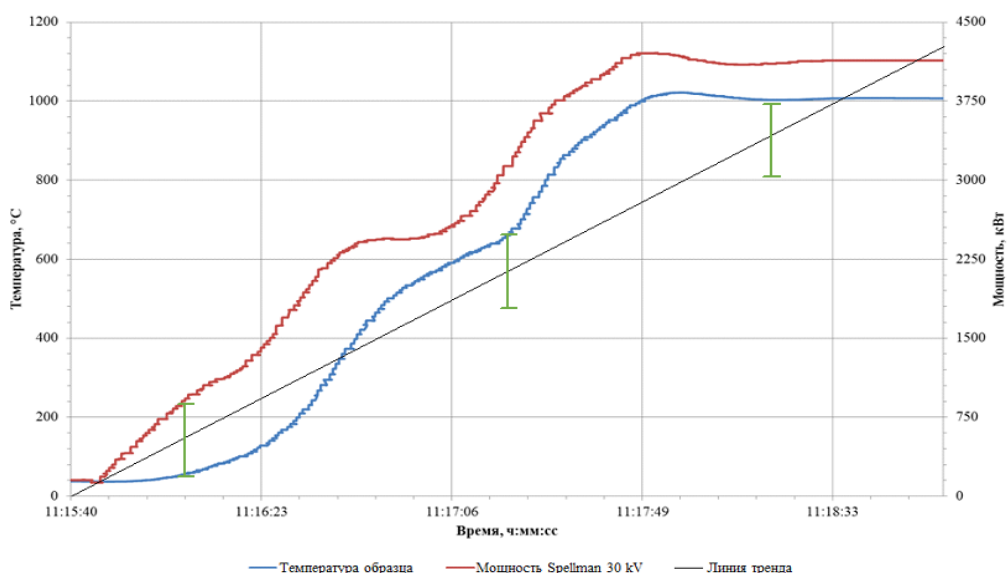


Рисунок 6. График линейного нагрева образца вольфрама со скоростью 10 °C/c.

На третьем этапе экспериментов по оценке возможности применения программируемого нагрева образцов в информационно-измерительной системе имитационного стенда, был осуществлен нагрев образца вольфрама со скоростью 10 °C/c. Время нагрева образца составляло 100 секунд. Зафиксированное максимальное значение температуры образца 1016,8 °C. Установлены следующие значения коэффициентов составляющих ПИД-регулятора: 1) Пропорциональная составляющая – 0,00033, 2) Интегральная составляющая – 0,82, 3) Дифференциальная составляющая – 0,00776. На графике линейного нагрева образца, представленном на рисунке 6, отчетливо видно отклонение температуры.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

К основным выводам по проведенным исследованиям следует отнести такие положения:

Подтверждена и продемонстрирована возможность проведения ТДС (термодесорбционного) анализа на имитационном стенде с ППУ без извлечения образцов после насыщения. Определены основные процедуры проведения таких исследований.

Разработан новый способ программированного управления нагревом исследуемых образцов с заданной скоростью с помощью управления блоком питания электронной пушки Spellman.

Проведен ряд экспериментов по осуществлению линейного нагрева образца вольфрама со скоростью 1 °C/c, 5 °C/c и 10 °C/c. Исходя из результатов про-

веденных исследований можно сделать следующие выводы:

– подтверждена возможность применения программы для линейного нагрева образцов в качестве инструмента для проведения ТДС анализа на имитационном стенде с ППУ;

– согласно построенным графикам зависимости нагрева образца со скоростью 1 °C/c и 5 °C/c, наблюдается достаточно линейный нагрев, что удовлетворяет условиям проведения экспериментов ТДС анализа;

– при проведении экспериментов и анализу полученных данных по линейному нагреву образца со скоростью 10 °C/c, наблюдается нарушение линейности нагрева и зафиксировано превышение 10 %-ой допустимой погрешности. Об этом свидетельствуют планки погрешности, нанесенные на график зависимости.

Причиной отклонения от заданных параметров эксперимента являлась настройка значений коэффициентов составляющих ПИД-регулятора, инерционность терморпары и аналогового преобразователя.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Автоматизация технологических процессов / А.Г. Схиртладзе и др. – М.: ТНТ, 2013. – 524 с.
2. R. Fraunfelder, "Permeation of Hydrogen Through Tungsten and Molybdenum" J. Chem. Phys. 48, 3955 (1967).
3. G. Benamati, E. Serra, and C.H. Wu, "Hydrogen and Deuterium Transport and Inventory Parameters through W and W-alloys for Fusion Reactor Applications" J. Nucl. Mater., 283–287, 1033 (2000).
4. A.P. Zakarov, V.M. Sharapov, E.I. Evko, Hydrogen permeability of polycrystalline and monocrystalline molybdenum and tungsten/ Soviet Mater. Sci. 9 (1973) 149–153.
5. Пооперационная программа стенда имитационных испытаний / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК. – Курчатова, 2012. – № 1144 вн./13-240-03 от 12.09.2012. – 4 с.
6. Anderl R.A., Longhurst G.R., Struttman D.A. Permeation of Deuterium, Implanted into V-15Cr-5Ti // Journal of nuclear materials. – 1987. – Vol. 145. – P. 344–347.
7. Kofstad P., Wallace W.E. Vapor pressure studies of the vanadium-hydrogen system and thermodynamics of formation of vanadium – hydrogen solid solutions // J. Am. Chem. soc. – 1959. – Vol. 81. – P. 5019–5022.
8. Eguchi T., Morozumi S. Influence of alloying elements on the solubility of hydrogen in vanadium // J. of the Japan Institute of Metals. – 1974. – Vol. 38, N 11. – P. 1025–1030.
9. Boes N., Zuchner H. Measurements of the solubility of hydrogen in vanadium, niobium and tantalum with a new electrochemical method // Berichte der Bunsen-Gesellschaft. – 1976. – Vol. 80, N 1. – P. 22–27.
10. Lynch J.F., Reilly J.J., Millot F. The absorption of hydrogen by binary vanadium- chromium alloys//J. Phys. Chem. Solids. – 1978. – Vol. 39. – P. 883–890.

### ПЛАЗМАЛЫҚ-ШОҚ ҚОНДЫРҒЫСЫ БАР ЕЛІКТЕУЛІ СТЕНДТЕ ҮЛГІЛЕРДІ БАҒДАРЛАМАЛЫҚ ҚЫЗДЫРУДЫ ҚОЛДАНУМЕН ТЕРМОДЕСОРБЦИЯЛЫҚ ТАЛДАУ ЖҮРГІЗУ МҮМКІНДІГІН БАҒАЛАУ

А.А. Туркач, Д.А. Гановичев, Т.Р. Туленберген, И.А. Соколов

ҚР ҰАӨ РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатова, Қазақстан

Осы жұмыста плазмалық-шоқ қондырғысы бар еліктеулі стендтің Spellman электрондық шоқтың қуаттандыру блогын басқару көмегімен, тапсырылған жылдамдықта зерттелінетін үлгілердің бағдарламалық сызықтық қыздыру тәсілін әзірлеу ұсынылды. Алынған нәтижелер, қанықтырғаннан кейін үлгілерді алып тастаусыз ПШҚ бар еліктеулі стендте ТДС (термодесорбциялық) талдау жүргізу мүмкіндігін бағалауға мүмкіндік берді.

### ASSESSMENT OF AN OPPORTUNITY FOR THERMODESORPTION ANALYSIS USING PROGRAMMABLE HEATING OF SAMPLES AT A SIMULATION TEST BENCH WITH PLASMA-BEAM INSTALLATION

A.A. Turkach, D.A. Ganovichev, T.R. Tulenbergenov, I.A. Sokolov

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

The paper presents development of a programmable line heating method of tested samples with a set velocity through power unit control of the Spellman electron gun of the simulation test bench with plasma-beam installation (PBI). The results enabled to assess the opportunity for thermodesorption (TDS) analysis at the simulation test bench with PBI without removing of samples after saturation.