

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Veronika Klevarová

Interakce tokamakového plazmatu s vybranými fúzními materiály

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

Studijní program: Obecná fyzika

Praha 2012

Ráda bych poděkovala zejména Doc. M. Janečkovi za vedení bakalářské práce a Ing. J. Matějčkoví PhD. za četné rady a konzultace. Také děkuji pánům RNDr. J Stráskému a RNDr. P. Harcubovi za připomínkování práce. Díky patří paní Čepové za pomoc při studiu mikrostruktury a při měření mikrotvrdosti vzorků. Taktéž velmi děkuji celé své rodině za neutuchající a motivující podporu během celého studia.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova v Praze má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

V Praze dne

Veronika Klevarová

Název práce: Interakce tokamakového plazmatu s vybranými fúzními materiály

Autor: Veronika Klevarová

Katedra (ústav): Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

E-mail vedoucího: Milos.Janecek@mff.cuni.cz

Abstrakt: Práce je zaměřena na studium struktury a relevantních fyzikálních vlastností materiálů, jevících se jako perspektivní pro pokrytí první stěny a materiálů nosné konstrukce zařízení tokamak, před jejich interakcí s vysokoteplotním plazmatem v tokamaku Compass-D. Teoretická část práce se věnuje úvodu do studia problematiky interakce tokamakového plazmatu s fúzními materiály, včetně popisu procesů, k nimž dochází během plazmového výboje (implantace, eroze, cestování částic v objemu tokamaku, redepozice, kodepozice s tritiem, odpařování atd.) a výběru vhodných fúzních materiálů. Experimentální část se zabývá studiem struktury vzorků vybraných fúzních materiálů metodou optické a skenovací elektronové mikroskopie (SEM). Pozorování struktury odhalilo u některých vzorků připravených technologií plazmového stříkání přítomnost oxidických vrstev, jež vznikly v důsledku jejich přípravy ve vzduchu. Pomocí energiově disperzní analýzy v SEM byla provedena kvalitativní prvková analýza vzorků. U objemových struktur wolframu a ODS oceli byla zjištěna přítomnost nečistot, jejichž zdrojem je pravděpodobně atmosférický vzduch, a rovněž přítomnost křemíku ve vzorku ODS oceli. Studium mikrotvrdosti vzorků potvrdilo vlastnost kompaktního wolframu jakožto nejtvrděšího ze studovaných materiálů. Tepelná vodivost ODS oceli vykazovala závislost na teplotě a pohybovala se okolo hodnoty 33 W/m.K.

Klíčová slova: termonukleární fúze, tokamak Compass, vlastnosti fúzních materiálů

Title: Interaction of tokamak plasma with selected fusion materials

Author: Veronika Klevarová

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

Supervisor's e-mail address: Milos.Janecek@mff.cuni.cz

Abstract: The following work is devoted to structural analysis and study of relevant physical properties of materials with perspective use for the first wall and as construction materials of the tokamak device, prior to their interaction with the high-temperature plasma in Compass-D tokamak. The theoretical part contains an introduction to the interaction of tokamak plasma with fusion materials, including a description of the processes taking place during the plasma discharge (such as implantation, erosion, particles traveling in the tokamak vacuum vessel, redeposition, co-deposition with tritium etc.) and selection of appropriate fusion materials. The experimental part consists of structural analysis of selected materials by optical and scanning electron microscopy. Analysis of the structure revealed the presence of oxide layers in some samples prepared by the technology of plasma spraying; which was probably caused by sample preparation in the ambient air. Qualitative elemental analysis of the samples was performed by electron dispersive X-ray spectroscopy (EDS) in SEM. Presence of impurities was revealed at the bulk materials (tungsten and ODS steel), whose source is probably the air. Moreover, a silicon admixture was found in the sample of ODS steel. Study of microhardness confirmed that the hardest studied sample was the bulk tungsten. Thermal conductivity of ODS steel showed a temperature dependence and its values were around 33 W/m.K.

Keywords: thermonuclear fusion, tokamak Compass, fusion material properties

Obsah

Úvod	5
1. Magnetické udržení - tokamak	6
1.1. Základní popis zařízení	6
1.2. Požadavky na fúzní materiály	7
1.3. Tokamak Compass-D	8
2. Interakce tokamakového plazmatu s fúzními materiály	9
3. Experimentální metody	15
3.1. Optická mikroskopie	15
3.2. Skenovací elektronová mikroskopie	15
3.3. Měření mikrotvrdomosti	16
3.4. Měření tepelné vodivosti	17
4. Výsledky analýzy vybraných materiálů a diskuze	18
4.1. Studované materiály	18
4.2. Studium struktur pomocí optické a elektronové mikroskopie	20
4.2.1. Optická mikroskopie	20
4.2.2. Skenovací elektronová mikroskopie	25
4.3. Studium relevantních fyzikálních vlastností	27
4.3.1. Analýza složení metodou EDS	27
4.3.2. Mikrotvrdomost vzorků	29
4.3.3. Tepelná vodivost oceli	30
4.4. Výhledové diagnostické metody	31
Závěr	33
Literatura	34

Úvod

Termojaderná fúze se v současném kontextu vyčerpatelnosti přírodních zdrojů a negativního dopadu dosud využívaných zařízení na životní prostředí jeví jako bezpečnější, čistší a prakticky nevyčerpatelný zdroj energie. Již od 50. let minulého století probíhá intenzivní výzkum, jenž by v optimistickém scénáři měl vést během několika desítek let k její úspěšné a komerčně perspektivní realizaci, tj. konstrukci první fúzní elektrárny. Stále je však třeba vyřešit zásadní konstrukční a provozní problémy, s nimiž budou budoucí zařízení konfrontována - materiálový výzkum na poli termojaderné fúze se potýká s řadou náročných technických problémů – konstrukční a jiné materiály musí odolat tepelné, radiační, mechanické i chemické zátěži, tedy vesměs velmi extrémním podmínkám.

Pro získání fúzní energie je třeba palivo zahřát na stovky milionů stupňů Celsia – v úvahu přichází dvojitý typ fúzních zařízení, jež by díky své konfiguraci měly vysokým teplotám odolat. První typ využívá tzv. *inerciálního udržení*. V tomto případě je palivo stlačeno a zahřáto v dostatečně krátkém časovém úseku umožňujícím zapálení fúze a uvolnění energie dříve, než se stačí rozptýlit. K rozletu paliva nedojde ihned po zahřátí díky jeho setrvačnosti. Druhý typ využívá *magnetického udržení* – jak napovídá název, vysokoteplotní plazma je udržováno v dostatečné vzdálenosti od stěn díky magnetickému poli.

Mezi zařízení druhého typu patří například tzv. *toroidální pinč*, kde je plazma udržováno v nádobě tvaru toru kombinací silného poloidálního magnetického pole, jež je generováno díky proudem plazmatem, a pole toroidálního tvořeného cívkami umístěnými podél toru. Výsledná trajektorie částice plazmatu je šroubovice se strmým sklonem, plazma je odtrhováno od stěn díky pinč-efektu; více v [1]. Naproti tomu *stellarátory* využívají udržení plazmatu pouze díky toroidálnímu magnetickému poli. Jejich výhodou je možnost stacionárního provozu, nicméně plazma je v tomto uspořádání značně nestabilní a samotné uspořádání cívek toroidálního pole je náročný technologický úkon. Doposud nejperspektivnějším zařízením druhého typu je tzv. *tokamak*, jenž stejně jako pinč využívá k udržení plazmatu kombinaci pole poloidálního a toroidálního; toroidální je ovšem mnohem silnější než pole poloidální, což vede k větší stabilitě plazmatu.

Jak již bylo naznačeno výše, realizace fúze je v jakémkoliv typu fúzního zařízení velkou technologickou výzvou; následující práce obsahuje úvod do problematiky konstrukce zařízení tokamak a klade si následující cíle:

- v **teoretické části** bude podrobněji popsán princip zařízení, se zaměřením na současné poznatky a požadavky výzkumu a vývoje konstrukčních a jiných materiálů. Jako perspektivní fúzní materiály se v nynější fázi výzkumu jeví zejména wolfram, berylium, uhlíkové kompozity, disperzně zpevněné oceli, nejrůznější keramiky apod.,

- **experimentální část** práce bude zaměřena na analýzu vlastností podstatných pro fúzní materiály. Ta zahrnuje studium struktury vybraných výše zmíněných perspektivních materiálů metodou optické a elektronové mikroskopie, měření tepelné vodivosti, mikrotvrdosti a analýzu prvkového složení pomocí metody energiově disperzní spektroskopie ve skenovacím elektronovém mikroskopu.

Kapitola 1

Magnetické udržení - tokamak

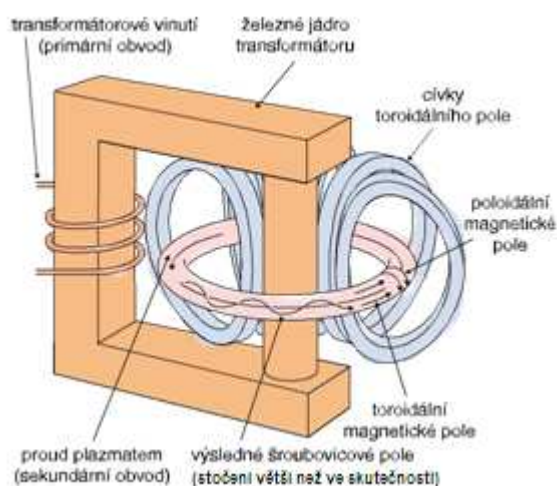
1.1. Základní popis zařízení

Vakuová nádoba tvaru toru je obklopena cívkami tvořícími toroidální magnetické pole (řádově jednotky T), jež se superponuje s polem poloidálním, které vzniká v důsledku průchodu elektrického proudu plazmatem. Hodnoty proudu u současných největších zařízení dosahují několika MA. Proud je v plazmatu generován díky transformátoru, jehož jediný sekundární závit je tvořen prstencem plazmatu. Výslednou trajektorii nabitých částic je pak šroubovice, jež je společně s nákresem směru polí znázorněna na obr. 1.1. Jouleovým teplem je plazma ohříváno řádově na desítky milionů stupňů. Tato teplota ovšem není dostatečná pro zapálení paliva, a je tedy potřeba jeho dodatečný ohřev. K zapálení paliva (tedy k vytvoření situace, kdy se fúzní reakce udrží se samoohřevem) dojde při překročení určité minimální hodnoty součinu nazývaného *podmínka zapálení* – v součinu vystupuje počet částic na jednotku objemu, jejich teplota a doba udržení energie. Minimální hodnota je závislá na teplotě plazmatu a pro reakci



je dosažena přibližně při teplotě přibližně 150 milionů stupňů. Dodatečný ohřev plazmatu na takto vysokou teplotu je realizován [2]:

- předáním energie elektromagnetického záření s vhodnou vlnovou délkou,
- srážkami s neutrálními částicemi.



Obr. 1.1. Schéma trajektorie částic plazmatu v tokamaku [1]

Odčerpávání helia jakožto produktu reakce (1) a zároveň odstraňování nečistot, jež se do prostoru vakuové nádoby uvolnily z jejích stěn, je nezbytnou podmínkou pro udržení vysoké teploty plazmatu; magnetické siločáry se z tohoto

důvodu vychylují do speciální části nádoby, tzv. *divertoru*, který uvedenou funkci plní. Schéma tokamaku s divertorem je znázorněno na obr. 2.1.

1.2. Požadavky na fúzní materiály

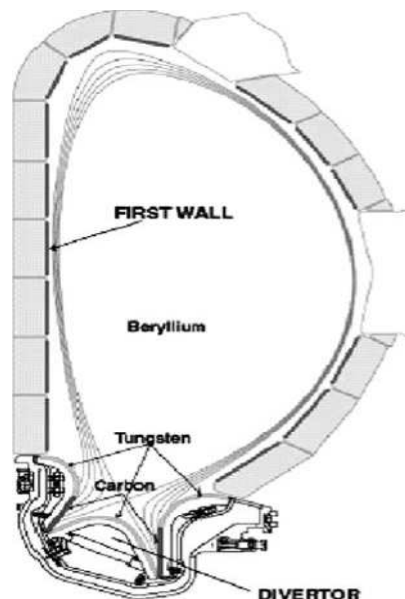
Materiály tokamaku dělíme do tří následujících skupin [3]:

- materiály první stěny vakuové nádoby,
- konstrukční materiály,
- materiály elektrické a chemické izolace.

Materiály tvořící první stěnu tokamaku budou během provozu zařízení namáhány částicovými a tepelnými toky, musí tedy vykazovat značnou tepelnou vodivost a zároveň tepelnou odolnost. Důležitým požadavkem je co nejmenší míra kontaminace plazmatu, žádoucí je tedy silná odolnost vůči částicové erozi. Během provozu zařízení bude docházet i k přechodovým událostem, kdy ve velmi krátkém časovém úseku dojde ke značnému zvýšení částicového a tepelného toku. Při vývoji materiálů první stěny je třeba s těmito událostmi počítat. Vhodnými kandidáty první stěny jsou wolfram, berylium a uhlíkové kompozity [4].

Konstrukční materiály (tedy materiály tvořící nosnou konstrukci celého zařízení) budou podléhat velké mechanické zátěži. Musí být tedy mechanicky odolné a to i při vysokých teplotách a při velkém radiačním zatížení. Vhodné jsou zejména nízkoaktivovatelné prvky, uvažuje se o slitinách na bázi vanadu a wolframu, a o disperzně zpevněných ocelích. Konstrukční materiály budou též zajišťovat odvod tepla chladicím systémem. Vhodným kandidátem na tuto část zařízení je zejména měď, vzhledem ke své vysoké tepelné vodivosti.

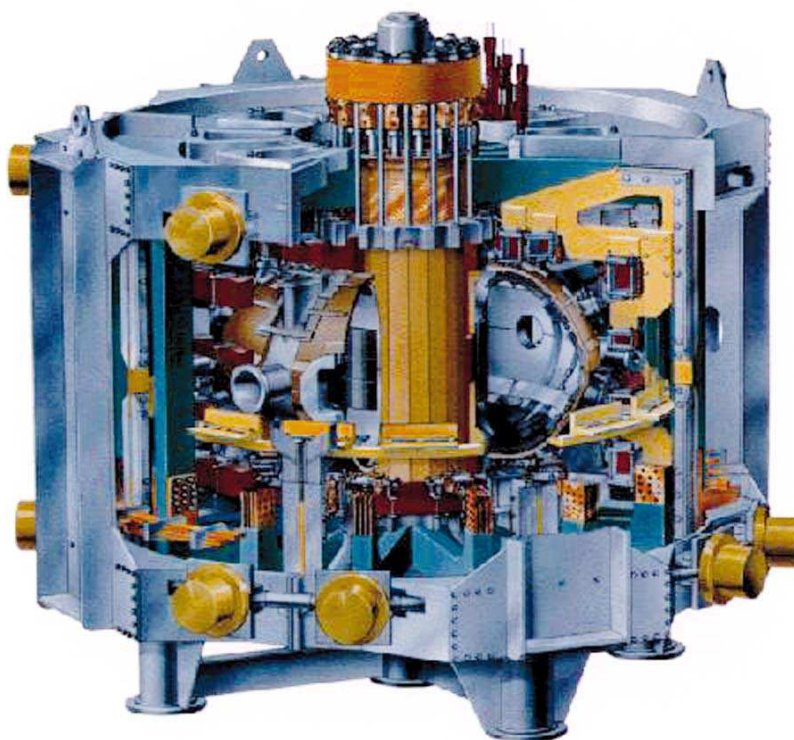
Na třetí skupinu materiálů jsou rovněž kladeny specifické požadavky. Celou řadu komponent tokamaku (diagnostiky, dodatečné ohřevy, cívky toroidálního pole, moduly plodící obálky atd.) je třeba elektricky a chemicky izolovat. Zásadním požadavkem je tedy zejména kombinace izolačních vlastností ve velkém rozsahu teplot, odolnost proti ozáření, případně korozní odolnost. Potenciálními kandidáty jsou zejména nejrůznější keramické materiály [3].



Obr. 1.2. Schéma tokamaku s divertorovým uspořádáním; zviditelněná jsou jednotlivá předpokládaná umístění uvažovaných materiálů první stěny [8]

1.3. Tokamak Compass-D

V České republice se v současné době nachází dva tokamaky – tokamak Golem (datum výroby 1958, současně užíván zejména ke studijním účelům) a tokamak Compass-D, jenž byl přivezen z Anglie do ČR v roce 2007. Se svými konstrukčními parametry (vnitřní poloměr činí 0,18-0,23 m, vnější poloměr 0,56 m), se řadí co do objemu vakuové nádoby mezi menší zařízení. Compass-D má však podobnou konfiguraci jako plánovaný ITER, tedy trojúhelníkový průřez vakuové komory s divertorovým plazmatem. Je tedy ideálním nástrojem ke studiu fyziky tokamakového plazmatu (dřívější studie na původním pracovišti jsou popsány např. v [5,6]) s ohledem na pozdější aplikaci poznatků právě například při konstrukci zařízení ITER. Compass-D je či bude vybaven širokou škálou diagnostických zařízení – mikrovlnný interferometr, rychlé bolometry, Langmuirovy sondy, rychlá a infračervená kamera - a mnohé další (seznam diagnostik viz [7]), jež tvoří základ pro velmi důkladnou diagnostiku plazmatu i vzhledem k materiálovému výzkumu perspektivních materiálů budoucích zařízení. První stěna tokamaku je pokryta plechem Inconel 625 (vykazuje odolnost vůči oxidaci) a grafitem.



Obr. 1.3. Schematické znázornění tokamaku Compass-D [7]

Kapitola 2

Interakce tokamakového plazmatu s fúzními materiály

Pro optimalizaci výběru a výroby fúzních materiálů je nutná detailní studie vlivu plazmatu na tyto materiály během výboje tokamaku, a to jak za normálního provozu, tak i během přechodových událostí. Vlivem zatížení tepelnými a částicovými toky dochází k erozi povrchové vrstvy první stěny, cestování částic v objemu tokamaku, jejich redepozici na stěně a dalším jevům, které budou podrobně popsány v následujícím textu. V současné době probíhá experimentální výzkum materiálů, jež byly díky svým vyhovujícím vlastnostem, s ohledem na jejich umístění v extrémním prostředí tokamakového reaktoru, vybrány jako potenciální kandidáti na fúzní materiály. Velké úsilí je věnováno nalezení nejvhodnější technologie pro redepozici povrchových vrstev na vnitřní stěnu tokamaku.

• PŘECHODOVÉ JEVY

V 80. letech minulého století byla na tokamaku ASDEX v Německu zaznamenána výrazně delší doba udržení výboje, jež byla přisuzována divertorovému uspořádání jeho vakuové nádoby. Magnetické siločáry se v určité vzdálenosti od středu toru neuzavírají do sebe, nýbrž se kříží v tzv. X-bodě v oblasti divertoru. Tento jev, spolu s dodatečným ohřevem plazmatu neutrálními svazky, pravděpodobně způsobuje vznik režimu delšího udržení. Mechanismus, jež vytváří tzv. H-mód (tj. vysoká doba udržení plazmatu ve srovnání s normálním režimem), nebyl nicméně doposud vysvětlen. H-mód spolu s delším udržením plazmatu bohužel přináší i nový tzv. přechodový jev. Jako přechodový jev označujeme nežádoucí a nekontrolovatelné chování plazmového výboje vedoucí ke zvýšení částicového a tepelného toku na stěny vakuové nádoby. Tento jev vede tedy k odčerpání energie plazmatu, jeho kontaminaci a erozi stěny vakuové nádoby. Do objevení H-módu byly známé přechodové jevy: vertikální nestability (tzv. VDE - Vertical displacement events) a disrupce (náhlé ukončení plazmového výboje). Nový přechodový jev, ke kterému dochází během H-módu, byl nazván ELM (Edge localised modes, nestability okrajového plazmatu). ELM odnáší ze středu plazmatu i nečistoty a reguluje tlak plazmatu [7]. S přechodovými událostmi a výše popsanými jevy je při konstrukci fúzních zařízení třeba počítat (lépe jim předcházet či je regulovat). Je nutné vyvinout materiály, jež budou schopny těmto událostem maximálně odolat; žádoucí je rovněž minimální míra odpaření materiálů. Čím méně budou materiály první stěny náchylné k odpaření (nejen za běžného provozu, ale i během přechodových událostí), tím delší bude životnost vakuové nádoby.

• PERSPEKTIVNÍ MATERIÁLY PRVNÍ STĚNY TOKAMAKU

Wolfram

Nejen díky nejvyššímu bodu tání ($T_m = 3695$ K) ze všech známých kovů je wolfram hlavním kandidátem první stěny vakuové nádoby tokamaku; velmi žádoucí jsou i jeho další fyzikální vlastnosti – dobrá tepelná vodivost, nízký tlak par, vysoká tepelná odolnost a pevnost. Tyto vlastnosti z něj ovšem činí náročný materiál ke zpracování. Vysoké protonové číslo wolframu ($Z = 74$) představuje riziko ochlazování plazmatu v důsledku radiačního záření jeho erodovaných částic. Na druhé straně má wolfram, právě díky vysokému protonovému číslu, nízký práh odprašování. Nežádoucí vlastností je rovněž jeho křehkost, která se ozářením neutrony dále zhoršuje [8].

Berylium

Vzhledem k výše zmíněnému riziku ochlazování plazmatu vlivem radiačního vyzařování erodovaných částic je žádoucí pokrýt stěny tokamaku prvky s co nejmenším protonovým číslem; berylium ($Z = 4$) tento požadavek splňuje. Uvažuje se o něm ale i v širším kontextu využití [8] – jako násobič neutrálních částic, chladicí médium atd. Výhodná je též schopnost berylia působit jako getr (reaktivní vrstva materiálu absorbující volné částice při jejich ulpění na jeho povrchu ve vakuovém systému) pro částice kyslíku. Berylium má ovšem relativně nízký bod tání ($T_m = 1560$ K), snadno se rozprašuje, vykazuje vysoký tlak par a podléhá snadno mechanickému poškození vlivem neutronového ozáření. Značná toxicita berylia činí manipulaci s ním velmi obtížnou a jeho případná instalace ve fúzním zařízení bude spojena s přísnými bezpečnostními opatřeními.

CFC (Carbon fibre composite), kompozit s uhlíkovými vlákny

Stejně jako berylium má uhlík relativně nízké protonové číslo ($Z = 6$), a má tedy podobné vlastnosti závislé na protonovém čísle. Vysoký bod sublimace ($T_s = 3773$ K) a malá míra vypaření materiálu během přechodových jevů (přibližně $10 \mu\text{m}$ ve srovnání se $100 \mu\text{m}$ wolframu za stejných podmínek [4]) činí z CFC kandidáta na materiál první vrstvy divertoru, zejména oblastí, jež budou tepelnými toky namáhány nejvíce. Jeho zásadní nevýhodou je reaktivita s izotopy vodíku a následná chemická eroze.

• INTERAKCE PLAZMATU SE STĚNOU VAKUOVÉ NÁDOBY TOKAMAKU

Vývoj optimálních materiálů první stěny tokamaku je velkou měrou závislý na studiu jejich chování ve vysokoteplotním prostředí tokamaku, příp. simulací těchto podmínek a přechodových jevů v laboratorním prostředí. Divertor tokamaku bude tepelnými a částicovými toky kontinuálně namáhán nejvíce, předpokládá se energie dopadajících iontů v řádu desítek eV a ohřev povrchu divertoru přibližně na 1500 K [9]. Stanovení energie a počtu částic dopadajících na stěnu toru tokamaku je ovšem obtížné; neutrální částice by měly dopadat s energií v řádu až stovek eV, přechodové jevy mohou zatížení stěny navíc výrazně zvýšit.

Iontová implantace je proces, při němž je povrch materiálu bombardován ionty, přičemž velká část iontů vniká do materiálu, kde vlivem interakcí s atomy povrchové vrstvy ztrácejí energii a po čase se zabudují do struktury bombardovaného materiálu. S ohledem na reakci (1) byla studována míra implantace vodíkových iontů

v povrchu wolframu, berylia a uhlíkových kompozitů [9]. Jemnozrnný grafit vykazuje v závislosti na množství dopadajících iontů saturaci; CFC ovšem, vlivem své porozity, nikoliv. Míra implantovaných iontů závisí na objemu iontového svazku kvadraticky, v CFC navíc pozorujeme objemovou difúzi vodíkových iontů. Ve wolframu dochází k zabudování iontů vodíku a k jeho udržení ve struktuře při poškození krystalické mřížky (např. ozářením). Závislost zachycených iontů ve struktuře je obdobná situaci u CFC. Berylium vykazuje podobnou saturaci jako jemnozrnný grafit, difúze vodíkových iontů je v jeho struktuře pomalá a udržení iontů je omezeno mírou nasycení poruch krystalové mříže vodíkovými ionty.

Vlivem dopadajících částic plazmatu dochází k erozi povrchu první stěny tokamaku. Částice, které se vlivem eroze uvolnily do prostoru vakuové nádoby, kontaminují plazma a představují tedy značný problém. Erozi podléhá nejlépe zejména uhlík; při vniknutí částic do plazmatu může dojít k pohlcení tritia, fúzního paliva a vzniku volných uhlovodíků. Míra eroze je úměrná teplotě, jíž je materiál vystaven. Experimentální data ukazují, že např. nejvíce uhlíku je uvolněno ze stěny při teplotách okolo 700 K [9].

Uhlovodíky vzniklé erozí uhlíku a sloučením s tritiem představují další problém – v prostoru plazmatu se ionizují, a cestují podél magnetických siločar až do oblasti divertoru, na jehož povrchu mohou ulpět. Dojde-li znovu k erozi těchto částic, mohou dále cestovat prostorem tokamaku, dokud nedojde k jejich redepozici na stěně, příp. k redepozici s tritiem.

Vznik karbidů (tedy sloučenin uhlíku s prvky mající vyšší schopnost uvolnit valenční elektrony) a slitin Be-W při vzájemných chemických reakcích tří uvažovaných prvků (berylium, wolfram, uhlík) představuje další studovaný problém. Např. vrstva karbidu na čistém wolframu zvyšuje udržení pohlceného fúzního paliva, deuteria. Podobně stejná vrstva na beryliu zvyšuje udržení tritia, ovšem pouze do teploty přibližně 800 K. Při vyšších teplotách se vytvoří vrstva sloučeniny berylia a uhlíku a uvolní se deuterium. Slitiny Be-W mají proti čistému wolframu nižší bod tání [9].

Z reakce (1) plyne, že kromě atomů helia budou produktem fúzní reakce deuteria a tritia neutrony; v ideálním scénáři budou ve fúzním reaktoru sloužit k produkci tritia (reakcí s lithiem). Popis vlivu neutronového záření (nejen) na první stěnu tokamaku je důležitou součástí optimalizace výroby fúzního reaktoru. Dle [3] ovlivňují neutrony ozářený materiál elastickými kolizemi s jeho atomovými jádry (následkem čehož vznikají vakance a intersticiální atomy), excitací či ionizací atomu vlivem neelastické kolize s elektronovým obalem atomu a zachycením neutronů v jádrech (což vede k jaderným přeměnám). Následkem všech tří jevů může dojít k výrazným změnám fyzikálních (snížení elektrické či tepelné vodivosti), mechanických vlastností (deformace, zkrěhnutí, zpevnění či naopak snížení pevnosti za vysokých teplot) ozářených materiálů a může vést i ke vzniku např. heliových bublin. Mimo výše popsaného vlivu neutronového záření na wolfram a berylium byla zjištěna tvorba osmia a rhenia při ozáření wolframu vysokoenergetickými neutrony. Přítomnost těchto prvků způsobí snížení tepelné a elektrické vodivosti [3].

Disrupce, jiskření a depozice vrstev jsou zodpovědné za vznik horkých prachových částic v oblasti tokamaku, jejichž celková předpokládaná hmotnost se v budoucích zařízeních bude pohybovat maximálně v řádu jednotek kilogramů [10]. Riziko zanesení prachových částic do objemu tokamaku z vnějšího prostředí představuje i moment otevírání vakuové nádoby za účelem vnitřní údržby. Pohyb prachu v tokamaku a jeho akumulace na stěnách vakuové nádoby představuje další překážku na cestě ke konstrukci spolehlivého fúzního reaktoru.

Jak bylo zmíněno výše, nezbytnou součástí výzkumu zaměřeného na vývoj materiálů první stěny tokamaku je simulace podmínek blízkých provozu tokamaku a přechodových jevů a sledování jejich vlivu na vybrané materiály. Současné experimenty se zaměřují zejména na [10]:

- míru eroze materiálů divertoru (wolframu a CFC) během přechodových jevů; z dostupných údajů lze konstatovat, že přesáhne-li energie dopadajících částic během ELM hodnotu $0,5 \text{ MJ/m}^2$, eroze nabude nadlimitních hodnot,
- odpaření materiálů divertoru během disrupce; vzhledem k plánované životnosti fúzního reaktoru je nutné omezit počet disrupcí maximálně na řád jednotek na přibližně 200 výbojů plazmatu,
- míru eroze materiálů stěny tokamaku za normálního provozu, která je vysoká zejména pro prvky s nízkým protonovým číslem;
 - pro CFC v oblasti divertoru je scénář eroze a s ní spojených komplikací pozitivní, vlivem cestování erodovaných částic ze stěny a jejich redepozicí na divertoru je životnost těchto komponent přibližně 10 000 výbojů,
 - podobná je situace u beryliových vrstev, ale pouze v případě rovnoměrného zatěžování částicovými toky na stěny nádoby; v opačném případě je životnost snížena až na čtvrtinu, tedy přibližně na 5 000 výbojů,
 - vzhledem ke zmiňovaným vlastnostem wolframu se očekává životnost této vrstvy asi 20 000 výbojů,
- stanovení limitu objemu prachových částic v oblasti tokamaku; prach se usazuje zejména v mezerách mezi konstrukčními jednotkami tokamakové stěny, a počítá se s jeho odstraňováním během vnitřní údržby zařízení, v závislosti na materiálu stěny je horního limitu pro množství prachu v tokamaku dosaženo asi po 1 000 výbojích (v případě uhlíku) či řádově desetitisících výbojích (pro variantu stěny W/Be),
- horní limit životnosti materiálů první stěny vakuové nádoby vzhledem k množství implantovaných a kodeponovaných atomů tritia je odhadován v případě uhlíkových kompozitů přibližně na 1 000 výbojů, u W/Be komponent až na 3 000 výbojů.

• TECHNOLOGIE PLAZMOVÉHO STRÍKÁNÍ

Materiály se v tokamaku vyskytují nejčastěji v tzv. bulk formě (kompaktní objemová struktura). Pro zlepšení vlastností objemových materiálů se uvažuje o speciálním způsobu depozice povrchové vrstvy první stěny tokamaku, která by mohla vést ke zvýšení životnosti materiálu, zabránění eroze atd. Uvažuje se o alternativním způsobu depozice první vrstvy vakuové nádoby tokamaku. Jedním z potenciálně zajímavých technologických postupů je plazmové stříkání.

Technologie plazmového stříkání využívá k urychlení a ohřevu částic taveného materiálu proud plazmatu, jehož teplota může dosahovat hodnoty až 10 000 K. Teplota plazmatu je natolik vysoká, že je s ním možné tavit velkou většinu dnes používaných materiálů. Plazmatvorné médium (voda, či nejrůznější plazmové plyny) přechází do stavu plazmatu v elektrickém oblouku, hořícím mezi elektrodami plazmatronu. Materiál, který chceme deponovat na substrát, je nejčastěji ve formě prášku (průměrná velikost částic se pohybuje řádově v desítkách mikrometrů) vnesen do proudu plazmatu, v němž je roztaven a urychlen na substrát, kde se rychle ochladí a vytvoří povrchovou vrstvu. Schéma aparatury viz Obrázek 2.1. níže. Pro snížení napětí mezi vrstvou substrátu a nástřiku je výhodné do proudu plazmatu separátně umístit prášky obou materiálů a tím získat gradovaný plazmový nástřik.

Vlastnosti deponované vrstvy závisí např. na složení plazmového plynu, na rozměrech plazmatronu, na způsobu chlazení substrátu atd. Důležitým zástupcem plazmových plynů je argon, vzhledem ke svému inertnímu charakteru (díky kterému je vhodný k tavení vysoce reaktivních materiálů), nízké tepelné vodivosti a relativně nízkému ionizačnímu potenciálu (15,7 eV). U plazmově stříkaných kovů může přítomnost argonu zabránit případnému vzniku oxidů. Jako plazmový plyn může sloužit i helium, dusík popř. jiné plyny či jejich směsi.

Plazmovým stříkáním deponovaná vrstva sestává ze zatuhnutých kapiček roztaveného materiálu, zvaných „splaty“, tvořících lamelární strukturu nástřiku. Ilustraci struktury poskytuje řez plazmovým nástřikem wolframu, obr. 2.2. Mezi splaty je obvyklá přítomnost pórů; na obr. 2.3. gradované vrstvy wolframu na mědi jsou póry znázorněny černou barvou. Oproti objemovým materiálům vykazují plazmové nástřiky právě díky pórovitosti a jiným strukturálním charakteristikám (jako např. praskliny, vrstvy oxidů apod.) nižší tepelnou a elektrickou vodivost, menší pevnost atd.

V závislosti na tlaku, v němž je proveden nástřik roztaveného materiálu na substrát, rozlišujeme plazmové stříkání ve vzduchu (APS, air plasma spraying), vysokotlaké, nízkotlaké plazmové stříkání (HPPS, LPPS, high/low-pressure plasma spraying), příp. plazmové stříkání ve vakuu (VPS, vacuum plasma spraying) [11].

Uplatnění nachází plazmové nástřiky zejména při pokrytí konstrukčních a strukturálních prvků nejrůznějších zařízení. Osvědčují se jako tepelná bariéra, ale účinně působí i jako antikorozivní vrstva, příp. brání erozi a opotřebení.

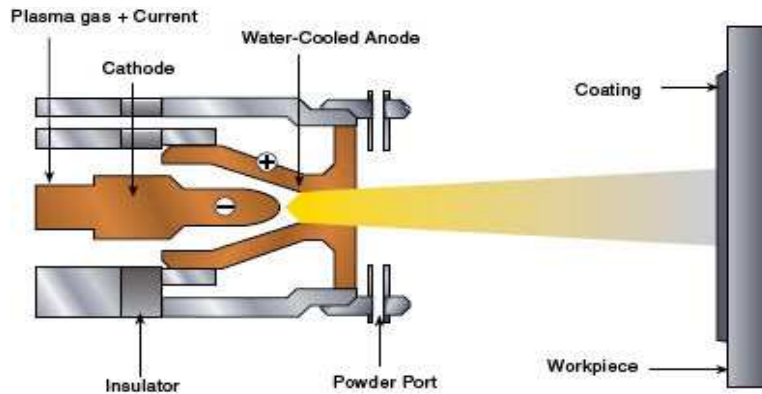
O plazmovém stříkání jakožto o perspektivním způsobu depozice vrstev materiálů první stěny tokamaku je uvažováno zejména díky [8]:

- možnosti produkce povlaků na velkých, i nerovných, plochách,
- dostatečné tloušťce povlaků i na velkých plochách,
- schopnosti tvorby gradovaných vrstev,
- nízkým pořizovacím nákladům,
- možnosti oprav uvnitř tokamaku.

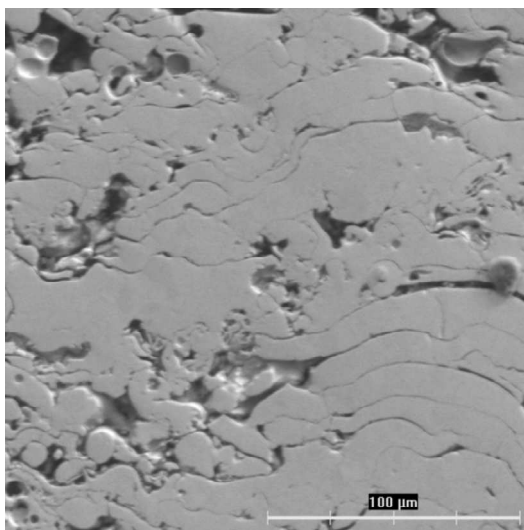
Plazmové nástřiky vybraných materiálů jsou podrobovány zátěžovým testům simulujícím jejich umístění ve vakuové nádobě tokamaku. Jedná se zejména o experimentální techniky zahrnující [8]:

- zátěž vysokými tepelnými toky,
- vystavení materiálu atomům tritia,
- sledování distribuce tepla pomocí infračervené kamery.

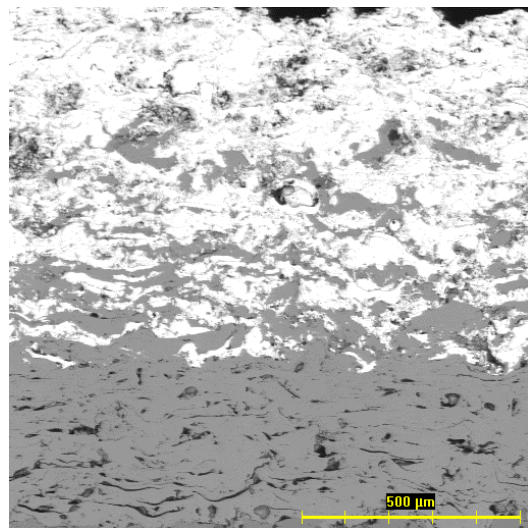
Povlaky wolframu připravené různými technologiemi, včetně plazmového stříkání, byly podrobeny experimentálním zkouškám [12,13]. Na základě dostupných výsledků se plazmové stříkání jeví jako perspektivní technologický postup pro pokrytí první stěny tokamaku wolframem; oproti kompaktnímu wolframu ovšem vykazuje nižší odolnost vůči ozáření neutrony [3]. Důležitým požadavkem je zajistit optimální tloušťku vrstvy (v řádu stovek μm) a zamezit přechodovým jevům v plazmatu, jež mohou plazmové nástřiky výrazně poškodit.



Obr. 2.1.: Schéma aparatury pro plazmové stříkání [14]



Obr. 2.2. Plazmový nástřik wolframu a směsi wolfram/měď [15]



Obr. 2.3. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, šedou barvou je znázorněna měď, bílou barvou wolfram [16]

- PERSPEKTIVNÍ KONSTRUKČNÍ MATERIÁL – OCEL DISPERZNĚ ZPEVNĚNÁ OXIDICKÝMI ČÁSTICEMI (ODS, oxide dispersion strengthened steel)

Vzhledem k výborné mechanické odolnosti při teplotách až 650°C a odolnosti vůči radiačnímu záření jsou feritické disperzně zpevněné oceli již od 60. let minulého století vyhledávanými konstrukčními materiály jaderných reaktorů nejrůznějších typů. Rozšíření využití tohoto typu oceli na fúzní zařízení je v současné době předmětem intenzivního výzkumu. V této práci je studován vzorek ODS oceli obsahující 14% (hmotnostních) chromu; díky chromu vykazuje ocel vyšší pevnost, povrchová vrstva Cr_2O_3 zajišťuje oxidační odolnost a chrom též stabilizuje feritickou strukturu oceli [17]. Vybrané experimentálně zjištěné vlastnosti vzorků ODS9-18%Cr připravených metodou mechanického legování a sérií horkých extruzí lze nalézt v [18]; v závislosti na metodice extruze, chemickém složení a tepelně-mechanických úpravách vykazují vzorky rozdílné vlastnosti, např. odlišné teploty přechodu od houževnatého ke křehkému stavu apod.

Kapitola 3

Experimentální metody

3.1. Optická mikroskopie

Před pozorováním materiálů optickým mikroskopem je nutné vzorky vhodným způsobem mechanicky zbrousit brusnými papíry o vhodné hrubosti a vyleštit vhodnými leštídky. Díky těmto procedurám je redukováno množství nečistot a povrchových nerovností, které by mohly zkreslit získaný obraz povrchu. Pro případné zvýraznění struktury a zviditelnění zrn je vhodné povrch materiálů naleptat.

Vzorky studované v této práci byly mechanicky broušeny tři minuty za mokra na brusném papíru o hrubosti 1200 a velikosti částic 15,2 μm . Následně byly vzorky vyleštěny diamantovou pastou o velikosti zrn 3 μm a suspenzí OPS. Suspenze OPS obsahuje koloidní křemík s velikostí zrna přibližně 0,04 μm a hodnota jejího pH je 9,8. (procedura leštění trvala také přibližně tři minuty). Suspenze působí na vzorek současně chemicky i mechanicky, nejdříve je povrchová vrstva materiálu mírně odleptána a následně vyleštěna.

3.2. Skenovací elektronová mikroskopie

Rozlišení optických mikroskopů je limitováno vlnovou délkou viditelného světla. Většího rozlišení dosáhneme nahrazením fotonů elektrony, jejichž vlnová délka je podstatně menší a závisí na urychlovacím napětí mikroskopu.

Konfigurace elektronového mikroskopu je následující: elektrony jsou emitovány z katody, následně dochází v prostoru mezi anodou a katodou k jejich urychlení napětím v řádech jednotek až desítek kV. Část elektronů, která projde anodou je zkolimována do úzkého svazku soustavou elektromagnetických čoček. Primární svazek elektronů je veden po řádcích po povrchu vzorku díky vychylovacím cívkám a v závislosti na typu detekčního zařízení získáváme informace o studovaném vzorku:

- detektor zpětně odražených elektronů – elektrony se elasticky odraží od povrchových atomů vzorku. Intenzita odražených elektronů je úměrná atomovému číslu prvku, na nichž se rozptylují. Elektrony tedy nesou informaci o lokálním chemickém čísle materiálu; energie zpětně odražených elektronů je srovnatelná s energií primárního svazku,
- detektor sekundárních elektronů – primární svazek elektronů může vyrazit elektrony z elektronového obalu atomů studovaného materiálu. Čím strmější je plocha, z níž sekundární elektrony vycházejí, tím je intenzita detekovaného signálu větší. Sekundární elektrony tedy poskytují informaci o topografii povrchu. Mají energii významně nižší než primární svazek (řádově desítky eV),
- EDS (Electron dispersive X-ray spectroscopy) detektor rentgenového záření – elektrony primárního svazku mohou rovněž vyrazit elektrony z vnitřních energetických hladin elektronového obalu atomů. Uvolněné místo po vyraženém elektronu může být zaplněno elektronem z vyšší energetické hladiny, přičemž při přeskočení elektronu z vyšší do nižší energetické hladiny je vyzařen foton o vlnové délce odpovídající rentgenovému záření a o energii rovné rozdílu obou hladin. Vlnová délka fotonu je charakteristická pro daný prvek. Analýza spektra EDS tedy

poskytuje informaci o prvkovém složení vzorku. Relativní intenzita píků vyskytujících se v rentgenovém spektru udává informaci o kvantitativním zastoupení (koncentraci) prvků ve vzorku.

Prostorové rozlišení SEM v případě zobrazování je řádově několik nm, informace o složení pocházejí z oblasti řádu μm .

Podobně jako u optické mikroskopie je nutné před vlastním pozorováním pomocí SEM upravit povrchy vzorků vhodnou kombinací mechanického broušení a leštění. Rovněž je nutné zamezit nabíjení vzorku, a tím zabránit zkreslení a znehodnocení výsledného obrazu. Vzorky byly pro účely pozorování a fixace zality ve vodivé směsi PolyFast.

Studium struktury optickým a elektronovým mikroskopem slouží nejen pro porovnání struktury vzorku po jeho expozici v prostředí tokamakového plazmatu s výchozím stavem, ale může též poskytnout informaci o technologii výroby vzorku, resp. o procesech, k nimž během výroby mohlo dojít. Energetické spektrum změřené pomocí detektoru EDS elektronového mikroskopu nám poskytuje informace o prvkovém zastoupení ve vzorku, na jehož základě je možné rozhodnout o jiném technologickém postupu při výrobě vzorku (např. zabránění výskytu nečistot, jež by mohly kontaminovat plazma atd.).

3.3. Měření mikrotvrdoti

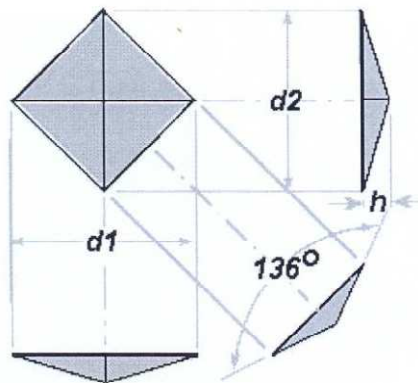
Tvrdot materiálu definujeme jako odolnost materiálu proti lokální deformaci, je-li vzorek zatížen silou $\sim 0,098 - 9,8 \text{ N}$ (1g až 1000g), hovoříme o mikrotvrdoti. Měření mikrotvrdoti pomocí Vickersova indentoru probíhá následujícím způsobem: diamantový hrot tvaru pravidelného jehlanu, jehož protější stěny svírají úhel 136° (grafické znázornění viz Obrázek 3.1.), je vtlačován silou výše zmíněné velikosti po dobu 5 až 20 sekund do povrchu vzorku. Pro určení mikrotvrdoti materiálu jsou rozměry vtisku následně vyhodnoceny. Plochu vtisku A určíme s pomocí vztahu [19]:

$$A = \frac{d^2}{2 \sin(136^\circ/2)} \approx \frac{d^2}{1,854}, \quad (3.1)$$

kde d je průměrná délka úhlopříčky vtisku. Hodnota mikrotvrdoti (HV, Vickersovo číslo) je určena jako poměr síly F působící na povrch vzorku a plochy vtisku A :

$$\text{HV} = \frac{F}{A} \approx \frac{1,854 F}{d^2} \quad (3.2)$$

Tvrdot materiálu je vzhledem k předpokládanému mechanickému zatížení fúzních materiálů důležitou studovanou fyzikální veličinou. Velmi užitečné je zejména porovnat hodnoty tvrdosti vzorku před a po expozici ve fúzním prostředí. Vlivem tepelných toků a implantací iontů se může hodnota tvrdosti rovněž lišit od výchozí. Od fúzních materiálů se vyžaduje mimo jiné vysoká pevnost. Měření mikrotvrdoti může tedy sloužit jako míra pevnosti těchto materiálů.



Obr.2.1. Hrot mikrotvrdoměru

3.4. Měření tepelné vodivosti

Tepelnou vodivostí k značíme schopnost látky vést teplo, popisuje tedy rychlost šíření tepla z teplejších do chladnějších částí materiálu. Obecně se množství tepla Q přeneseného plochou S za daný čas t do určité hloubky d určí ze vztahu [20]:

$$Q = \lambda \cdot S \cdot \frac{\Delta T}{d} \cdot t, \quad (3.3)$$

kde λ je tzv. součinitel tepelné vodivosti (nebo též teplotní vodivost), konstanta, specifická pro konkrétní studovaný materiál a ΔT je rozdíl teplot na povrchu a v dané hloubce. Tepelná vodivost vykazuje závislost na teplotě, u kovů má tendenci s rostoucí teplotou mírně klesat.

Pro určení tepelné vodivosti je využívána tzv. flash technika. Tato technika spočívá v ozáření povrchu vzorku krátkým laserovým pulsem na jedné straně, přičemž z časového průběhu pulsu na druhé straně vzorku je stanovena teplotní vodivost. Měřena je též měrná tepelná kapacita vzorku c_v , kterou můžeme definovat jako podíl tepla použitého k ohřátí vzorku Q k jeho hmotnosti m a rozdílu teplot ΔT , o který jsme vzorek ohřáli:

$$c_v = \frac{Q}{m \Delta T} \quad (3.4)$$

Měrná tepelná kapacita je stanovena z poměru amplitud měřeného teplotního pulsu na neznámém vzorku a standardu známých rozměrů a vlastností. Tepelná vodivost k je pak dána součinem teplotní vodivosti λ , hustoty vzorku ρ a měrné tepelné kapacity c_v [21]:

$$k = \lambda \cdot \rho \cdot c_v \quad (3.5)$$

Motivace pro studium tepelné vodivosti vzorků je dána jejich aplikací ve vysokoteplotním fúzním prostředí.

Kapitola 4

Výsledky analýzy vybraných materiálů a diskuze

4.1. Studované materiály

V rámci experimentální části práce byly studovány následující vzorky vybraných materiálů:

- **Kompaktní wolfram** – je kandidátem na první stěnu tokamaku především pro svůj vysoký bod tání, velkou tvrdost, vysoké protonové číslo, atd.

- **Gradovaná vrstva wolframu na měděném substrátu** - Studován byl řez plazmovým nástřikem. V řezu rozlišujeme tři oblasti, které pro lepší orientaci v následujícím textu označíme jako:

 - „**oblast mědi**“ – tloušťka této vrstvy činí zhruba 400 μm ; vzdálenost měříme od okraje pevného Cu substrátu; dominantním prvkem v této oblasti je měď,

 - „**oblast směsi**“ - tloušťka vrstvy přibližně 300 μm ; tato oblast je charakterizována přibližně stejným zastoupením obou prvků,

 - „**oblast wolframu**“ – přibližně 500 μm až po okraj řezu; jedná se o oblast, v níž je zastoupen pouze plazmově stříkaný wolfram.

Měď je materiál s vysokou tepelnou vodivostí; uplatnění v tokamaku může nalézt zejména u komponent, u nichž je potřeba odvádět rychle teplo (např. u chladicích systémů).

- **ODS14%Cr** - ocel disperzně zpevněná částicemi oxidu Y_2O_3 ; zastoupení těchto částic ve vzorku činí přibližně hm.0,3%; velikost částic je odhadována na 2 nm; objemový vzorek při výrobě prošel procesem extruze.

ODS oceli se jeví jako perspektivní materiály nosných konstrukcí zařízení tokamak.

- **Plazmový nástřik oceli 316**; nerezavějící ocel dopovaná molybdenem, tloušťka nástřiku se pohybuje v rozmezí 400-700 μm , substrátem je uhlíková ocel. Chemické složení oceli 316 je následující [22]:

Prvek	C	Cr	Ni	Mn	Mo	P	S	Si
Hmotnostní %	< 0,03	16,0 -18,0	10,0 - 14,0	2,0	2,0 - 3,0	< 0,045	0,03	1,0

Tabulka 4.1. Chemické složení oceli 316

Plazmově stříkaná ocel 316 na uhlíkové oceli nemá potenciální využití při konstrukci tokamaku. Uvažuje se však o gradovaných vrstvách plazmově stříkaného wolframu na oceli, v tomto kontextu je studium vlastností ocelových nástřiků účelné.

- **Plazmový nástřik wolframu** - tloušťka nástřiku dosahuje hodnoty až 1 mm, substrátem je uhlíková ocel.

Plazmově stříkaný wolfram by mohl nalézt využití zejména v oblasti divertoru tokamaku.

Všechny plazmové nástřiky byly provedeny za normálního tlaku ve vzduchu (APS); předpokládáme tedy přítomnost oxidických vrstev. Oxidy vznikají při letu roztavených kapiček taveného materiálu vzduchem.

K přípravě nástřiků byl použit vodou stabilizovaný plazmový hořák WSP (Ústav fyziky plazmatu) o výkonu 160 kW. Byly použity následující prášky: W (63-80 μm), Cu (100-125 μm), ocel 316 (100-140 μm). Nástřiky tloušťky řádově mm byly vytvořeny přibližně 20-30 přejezdy hořáku před podložkou, v závislosti na druhu materiálu.

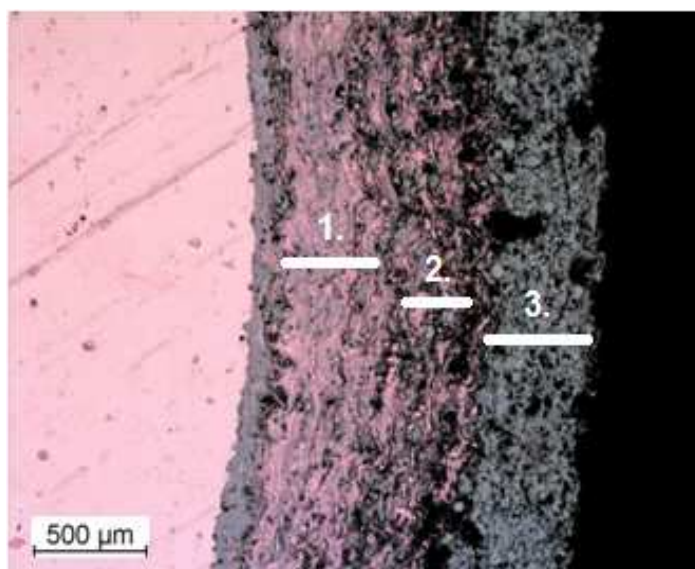
Gradovaná vrstva wolframu na mědi byla vytvořena podáváním jednotlivých prášků dvěma injektory. Na počátku nanášení byla podávána pouze měď, jejíž množství bylo postupně snižováno a zároveň zvyšováno množství wolframu až po 100% wolfram na povrchu.

Výhledově se bude materiálový výzkum v Ústavu fyziky plazmatu AV zaměřovat mimo experimenty zmíněné v této práci například na studium ovlivnění tenkých vrstev kovů (řádově jednotky μm) jako nikl, wolfram, ocel na grafitovém substrátu v prostředí plazmatu v tokamaku Compass-D. U takto tenkých vrstev je např. jednodušší studium míry eroze materiálu; k analýze povrchů budou využívány metody zmíněné níže v kapitole 4, část 4.4. Zajímavé bude studium wolframu, který je známý svou náchylností k tvorbě karbidů, pokud je v přímém kontaktu s grafitem. Výhledově tedy bude zkoumána možnost přidání izolující mezivrstvy, jež by danému jevu měla zabránit.

4.2. Studium struktur pomocí optické a elektronové mikroskopie

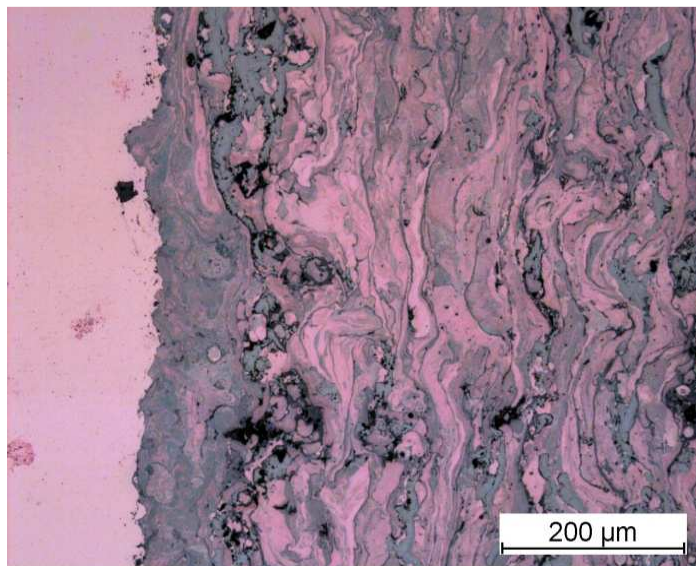
4.2.1. OPTICKÁ MIKROSKOPIE

Následující snímky byly pořízeny mikroskopem GX51 značky Olympus; použité zvětšení se pohybovalo v rozsahu 50-1000 krát. Povrch kompaktního wolframu nebylo možné za daných laboratorních podmínek naleptat, jeho vnitřní struktura nebyla tedy optickým mikroskopem studována.

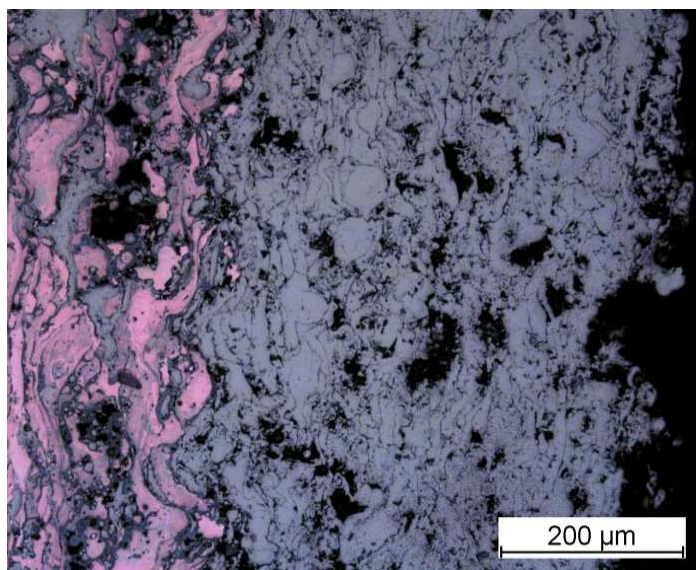


Obr. 4.1. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, celkový pohled

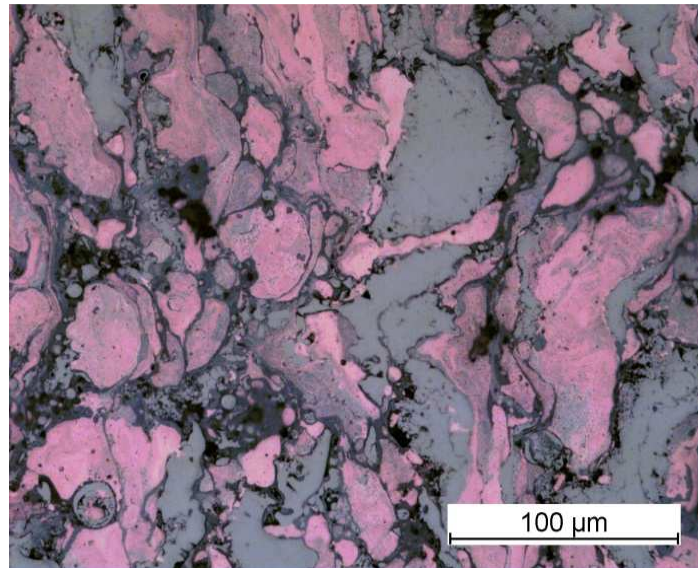
Na obr. 4.1. jsou bílými úsečkami zvýrazněny oblasti gradované vrstvy, dle rozdělení zavedeného v části 4.1. Oblast 1. značí vrstvu mědi, oblast 2. vrstvu směsi nástřiku wolframu a mědi, oblast 3. je tvořena nástřikem wolframu.



Obr. 4.2. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, oblast směsi

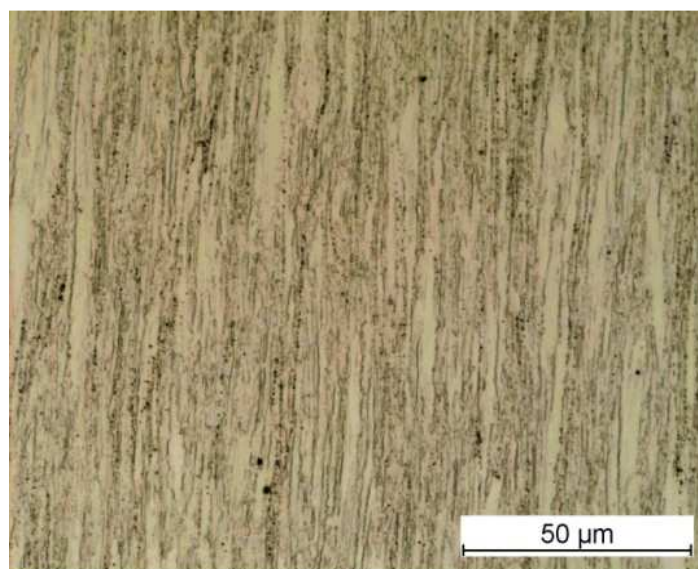


Obr. 4.3. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, oblast wolframu

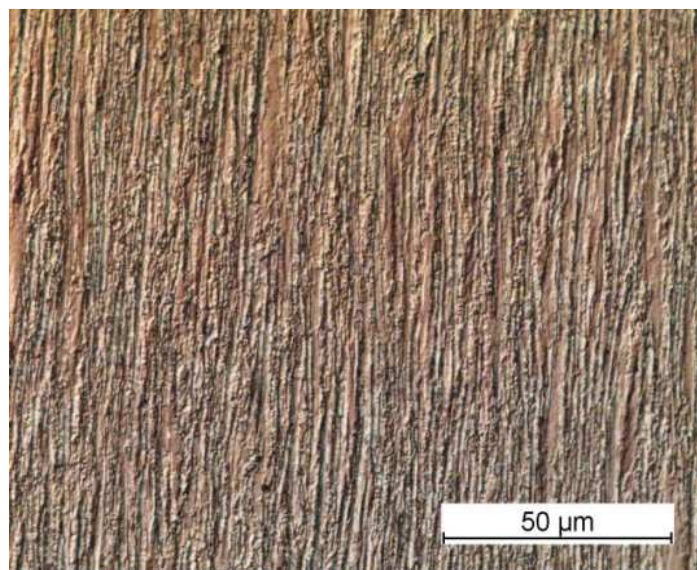


Obr. 4.4. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, detail oblasti směsi

Na snímcích je díky barevnému rozdílu dobře rozlišitelná měď (reprezentována růžovou barvou) od wolframu (barva šedá). Šedé čáry rovnoběžné s povrchem, viditelné na obr. 4.2., jsou pravděpodobně vrstvy oxidů (CuO a Cu_2O). Tyto vrstvy vznikly v důsledku nástřiku vzorku ve vzduchu. Přítomnost kyslíku potvrzuje lokální analýza složení EDS, viz obr. 4.15., str. 26. Vysoká pórovitost vrstvy wolframu, patrná na obr. 4.3., je dána vyšší teplotou tání wolframu oproti mědi, množství pórů ve vrstvě mědi je mnohem nižší (obr. 4.2.). Vyšší pórovitost vrstvy wolframu je pravděpodobně důsledkem rychlejšího ztuhnutí wolframu; roztavené kapičky ztuhly dříve, než stačily více zaplnit nerovnosti povrchu, na který dopadaly. Kapky mědi stačily před svým zatuhnutím více vyplnit nerovnosti povrchu.



Obr. 4.5. ODS ocel



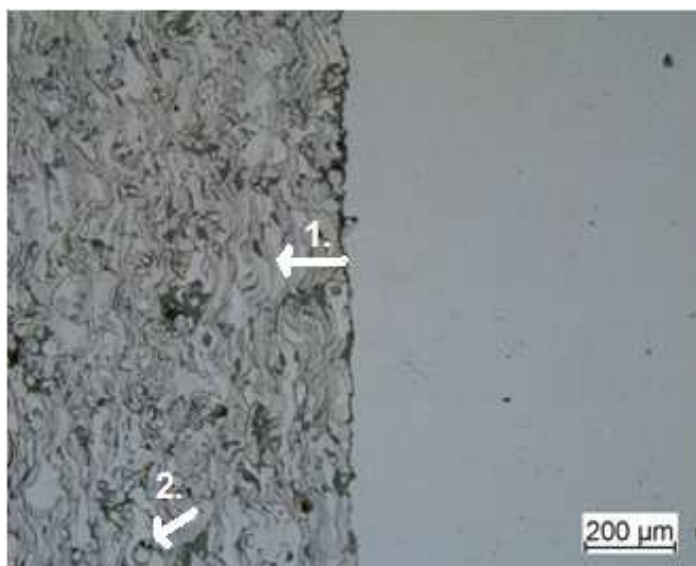
Obr. 4.6. ODS ocel, kontrastnější zobrazení (Nomarskiho kontrast)

Na obr. 4.5 je znázorněna mikrostruktura oceli. Pro pozorování struktury bylo nutné povrch vzorku ODS oceli naleptat. K leptání byla použita směs kyseliny dusičné (40 ml) a kyseliny fluorovodíkové (15 ml); povrch vzorku byl leptán přibližně 10 s.

Pro lepší vizualizaci struktury ODS oceli byl obr. 4.6. pořízen pomocí diferenciálního interferenčního kontrastu (tzv. Nomarskiho kontrast). Ze snímků je patrný protáhlý tvar zrn, kretý je důsledkem přípravy vzorku pomocí extruze. Průměrná délka zrn činí přibližně 30 μm.

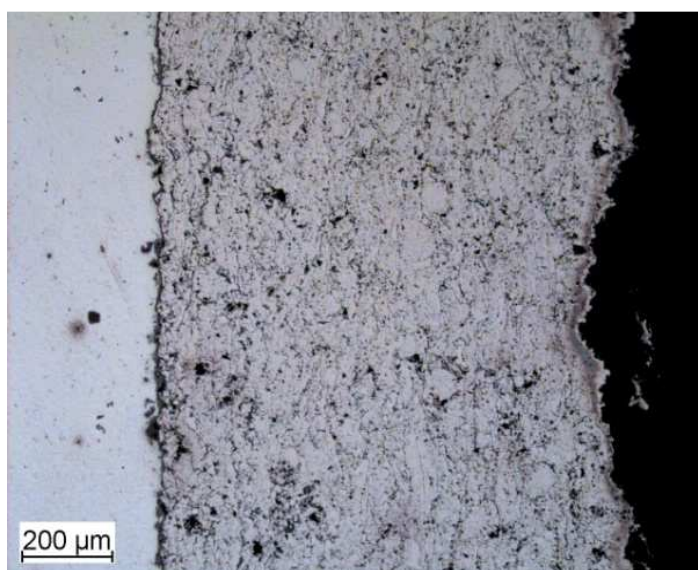


Obrázek 4.7. Plazmový nástřik oceli 316, celkový pohled

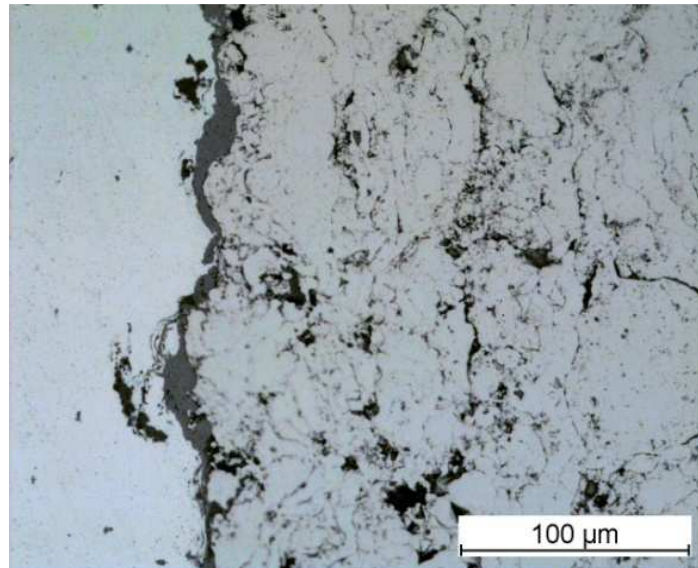


Obr. 4.8. Plazmový nástřik oceli 316, detail přechodu substrát-ocel

Mikrostruktura plazmového nástřiku oceli 316 je zobrazena na obr. 4.7. Šedé čáry rovnoběžné s povrchem substrátu patrné na obr. 4.8. opět prozrazují přítomnost oxidických vrstev. Jedna z oxidických vrstev je na obr. 4.8. zvýrazněna šipkou 1. Patrná je rovněž přítomnost neroztavených částic původního prášku oceli 316. Povrch částic před svým dopadem na substrát zoxidoval (šipka 2.).



Obr. 4.9. Plazmový nástřik wolframu, celkový pohled

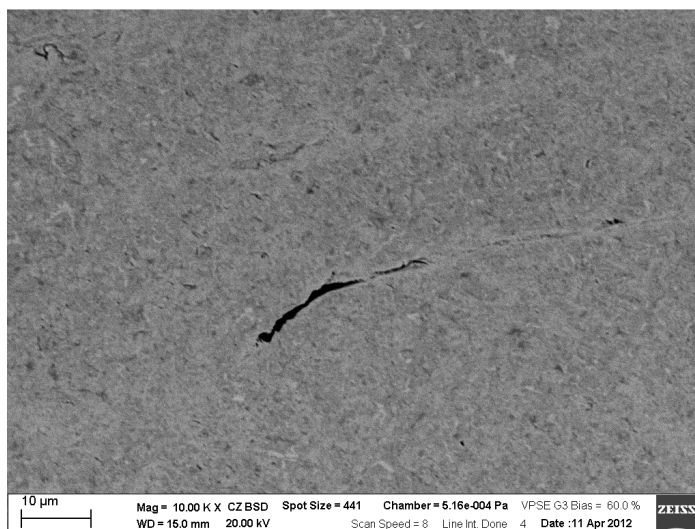


Obr. 4.10. Plazmový nástřik wolframu, detail přechodu substrát-wolfram

Nízká míra pórovitosti wolframu je patrná na obr. 4.9. a 4.10. Porovnání s obr. 4.3. gradované vrstvy wolframu na mědi naznačuje, že roztavené kapičky wolframu měly v tomto případě při nástřiku více času na zaplnění nerovností povrchu, na který dopadaly. Z nepřítomnosti struktur oxidických vrstev rovnoběžných s povrchem substrátu lze soudit, že vzniklé oxidy se nejspíše před dopadem na povrch odpařily. Teplota plazmatu byla v případě tohoto nástřiku pravděpodobně vyšší v porovnání s teplotou plazmatu při nástřiku gradované vrstvy wolframu na mědi, kapičky wolframu tedy měly více času na ztuhnutí, než wolfram dosáhl teploty tuhnutí. Na obr. 4.10. jsou patrná rozhraní mezi lamelárními částicemi (splaty) roztavenými z původního prášku (viditelná v důsledku jejich nedokonalého spojení).

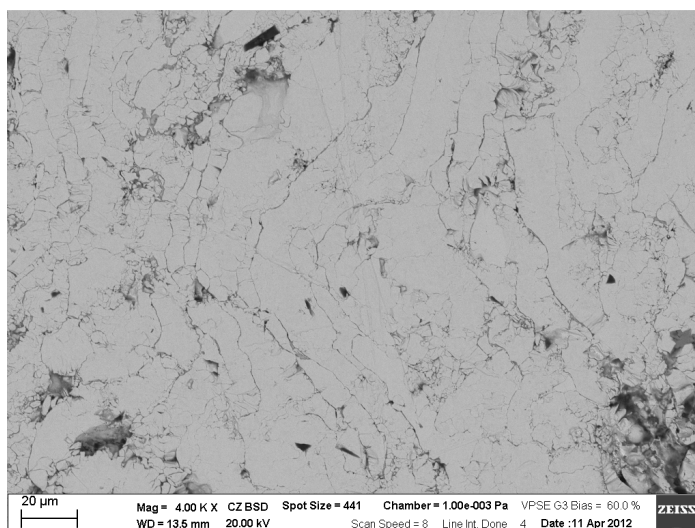
4.2.2. SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

K pořízení následujících snímků byl použit SEM značky Carl Zeiss MA 15 vybavený krystalem LaB₆ jako katodou. Mikroskop pracoval při urychlovacím napětí 20kV. K zobrazení byly použity zpětně odražené elektrony snímané detektorem firmy Bruker.

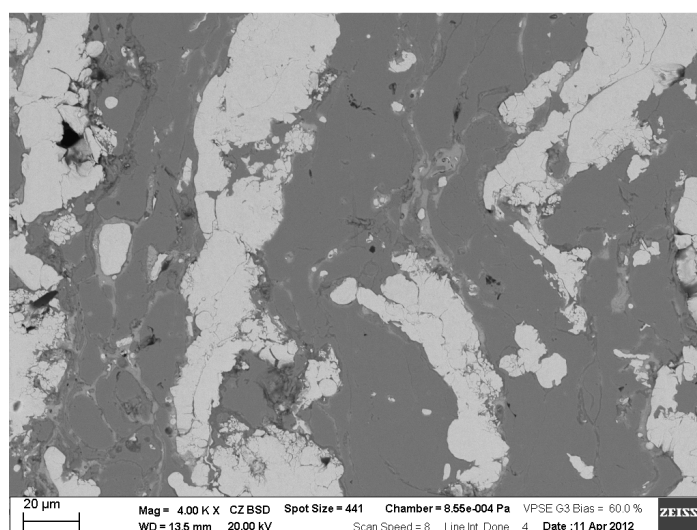


Obr.4.11. Kompaktní wolfram

Na snímku je zachycen drobný defekt objemového wolframu, který vznikl pravděpodobně při výrobě materiálu.



Obr. 4.12. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, oblast wolframu



Obr. 4.13. Gradovaná vrstva wolframu na mědi, oblast směsi

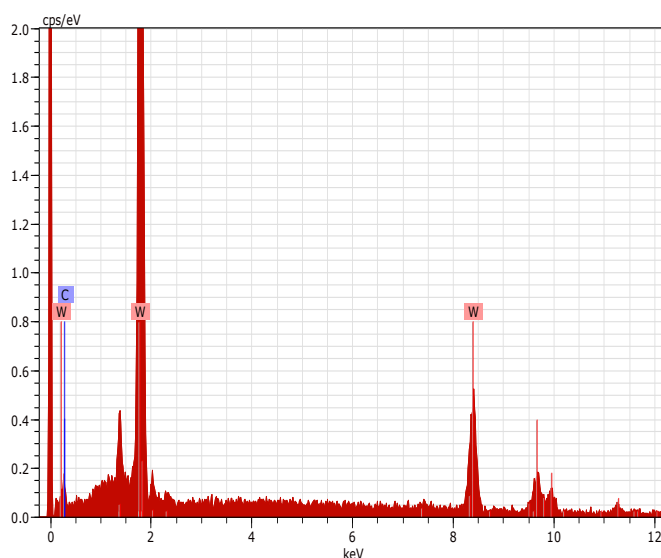
Na obr. 4.12. a 4.13. je patrná lamelární struktura vrstev; dobře rozeznatelná jsou jednotlivá rozhraní mezi dopadajícími kapičkami roztavených materiálů. Měď je reprezentována tmavou šedou barvou, wolfram světlejší šedou. Kontrast při pořizování snímku byl nastaven na dobré rozlišení oblastí wolframu a mědi. Oxidickým vrstvám mědi, které by při zobrazení ve zpětně odražených elektronech odpovídala tmavší šedá barva než mědi, zde z tohoto důvodu vidět nejsou.

Snímky mikrostruktury ze SEM ostatních vzorků zde neuvádím, neboť ve srovnání se snímky z optického mikroskopu neposkytují žádné nové informace. U vzorku ODS oceli se bohužel v SEM nepodařilo zobrazit zrna oxidických částic, vzhledem k jejich odhadované velikosti asi 2 nm.

4.3. Studium relevantních fyzikálních vlastností

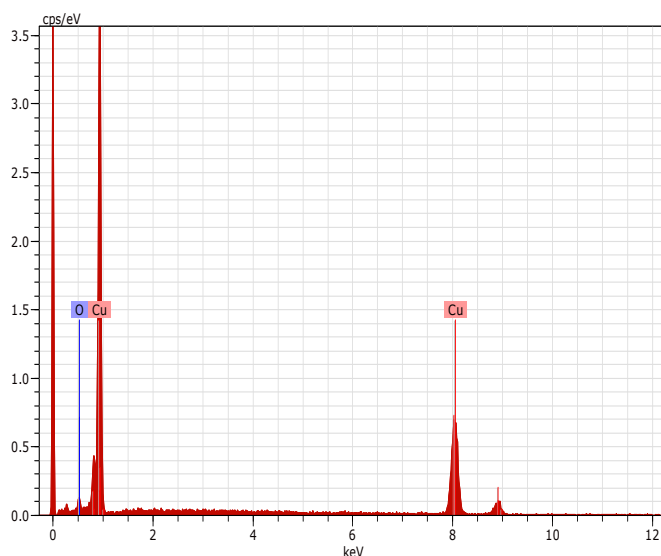
4.3.1. ANALÝZA SLOŽENÍ METODOU EDS

Pomocí energiově dispersní spektroskopie (EDS) byla měřena spektra vybraných studovaných vzorků. Spektra byla nabírána ve více bodech z plochy o velikosti řádově desítek mikrometrů čtverečních. Na základě získaných spekter je možné určit kvalitativní zastoupení jednotlivých prvků ve vybraných oblastech:



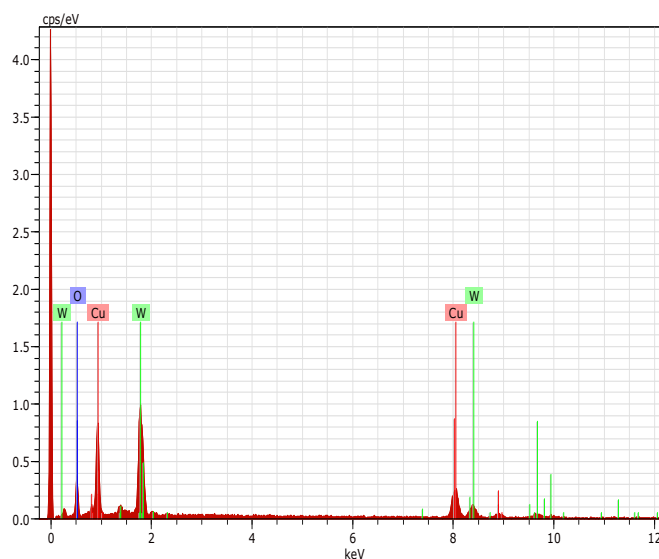
Obr. 4.14. Typické spektrum EDS vzorku kompaktního wolframu

Na obr. 4.14 vidíme typické spektrum vzorku objemového wolframu. Celková intenzita píku odpovídajícího energii přibližně 1,8 keV přesahuje rozsah y-ové osy grafu. Takto upravená grafika je ovšem nezbytná pro snazší vizualizaci dalších píků. Výrazný signál v oblasti kolem počátku je tzv. „zero peak“, který slouží pro vnitřní kalibraci detektoru a nesouvisí se vzorkem. Uhlík přítomný ve spektru pravděpodobně ulpěl na vzorku během jeho skladování na vzduchu, případně může být způsoben kontaktem s pokožkou při manipulaci se vzorkem.



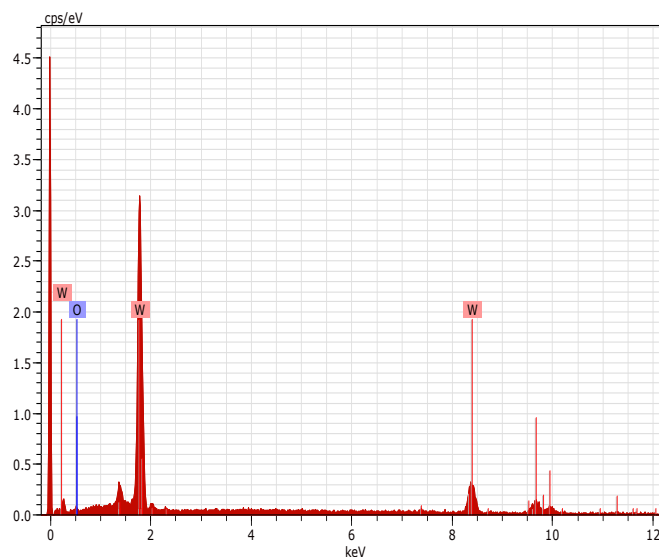
Obr. 4.15. Typické spektrum EDS gradované vrstvy wolframu na mědi, oblast mědi

Přítomnost kyslíku ve spektru gradované vrstvy wolframu na mědi na obr. 4.15 indikuje vznik oxidických vrstev během plazmového stříkání vzorku ve vzduchu.



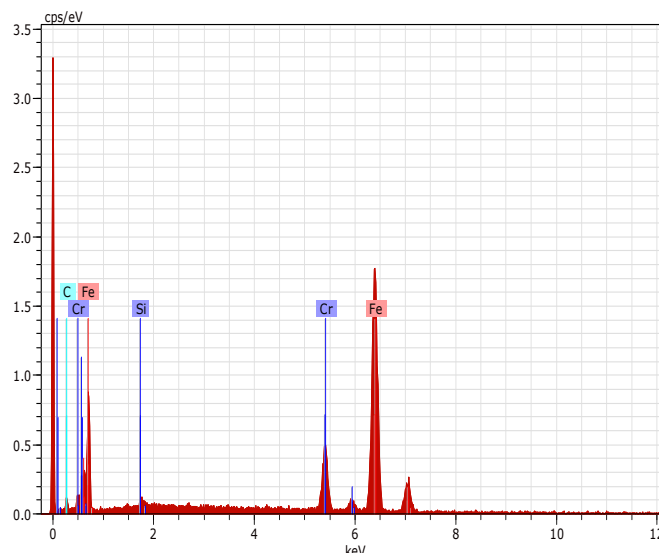
Obr. 4.16. Typické spektrum EDS gradované vrstvy wolframu na mědi, oblast směsi

Ve spektru gradované vrstvy wolframu na mědi na obr. 4.16 je opět přítomen kyslík. Píky odpovídající wolframu a mědi potvrzují místo detekce v oblasti směsi gradované vrstvy.



Obr. 4.17. Typické spektrum EDS gradované vrstvy wolframu na mědi, oblast wolframu

Pík kyslíku ve spektru gradované vrstvy wolframu na mědi na obr. 4.17 opět indikuje přítomnost oxidických vrstev ve vzorku, podobně jako na obr. 4.15 a 4.16.



Obr. 4.18. Typické spektrum EDS ODS oceli

Uhlík přítomný ve spektru ODS oceli na obr. 4.18 je pravděpodobně příměs v tomto materiálu. Případně se může rovněž jednat o nečistotu na vzorku ze vzduchu či z kontaktu s pokožkou. Křemík je příměsí velké většiny ocelí; nejinak je tomu i u ODS oceli. Intenzita píku chromu zhruba odpovídá nominálnímu složení oceli (hm.14%Cr). Pík odpovídající yttriu bohužel nepozorujeme. Tento fakt je nejspíše spojen s nízkou koncentrací oxidů yttria ve vzorku (pouhé hm.0,3%).

4.3.2. MIKROTVRDOST VZORKŮ

Mikrotvrdość vzorků byla změřena pomocí automatického mikrotvrdoměru Leco M-400-A; výsledky byly zpracovány pomocí programu Lucia Hardness. Vzorky byly zatěžovány vždy po dobu 10 s, proměnlivou silou, minimálně 7 krát, s dostatečným rozestupem vtisků. Statistické vyhodnocení mikrotvrdości (Vickersovo číslo HV, poměr síla/plocha vtisku) včetně směrodatné odchylky je uvedeno v tabulce 4.2.:

Vzorek č.	Zatížení [kg]	HV
1	0,5	463,2 ± 9,4
2	0,2	156,2 ± 19,5
3	0,2	146,1 ± 10,8
4	0,2	304,7 ± 47,1
5	0,5	406,7 ± 9,9
6	0,2	258,2 ± 30,0
7	0,2	230,5 ± 13,3

Tabulka 4.2. Měření mikrotvrdości vzorků

kde je číslování vzorků následující:

- Vzorek č. 1:** Kompaktní wolfram, dle očekávání vykazuje nejvyšší hodnotu Vickersova čísla HV, tedy nejvyšší tvrdość ze studovaných vzorků
2: Gradovaná vrstva wolframu na mědi; oblast mědi

- 3: Gradovaná vrstva wolframu na mědi; oblast směsi
- 4: Gradovaná vrstva wolframu na mědi; oblast wolframu
- 5: ODS ocel
- 6: Plazmový nástřik oceli 316
- 7: Plazmový nástřik wolframu

U plazmových nástřiků je naměřená hodnota vzhledem k nehomogenitě struktury a přítomnosti oxidických vrstev pouze orientační (tento fakt je potvrzen i relativně vysokou směrodatnou odchylkou).

Vzorek gradované vrstvy wolframu na mědi č. 3 s vyšším obsahem wolframu (směs wolframu a mědi) má překvapivě nižší hodnotu HV, než vzorek č.2 (pouze měď). Tento fakt je zřejmě dán vyšší pórovitostí vrstvy směsi, pozorované na obr. 4.1.

Vlivem menší pórovitosti plazmového nástřiku wolframu oproti pórovitosti gradované vrstvy wolframu na mědi (srovnání obr. 4.3. a 4.10.) jsme očekávali vyšší hodnotu mikrotvrdosti u vzorku č.7. než u vzorku č.4. Tato skutečnost také nebyla potvrzena.

Rovněž plazmový nástřik oceli 316 vykazuje navzdory očekávání vyšší hodnotu mikrotvrdosti než vzorek plazmového nástřiku wolframu, vzorek č.7.

4.3.3. TEPELNÁ VODIVOST ODS OCELI

U vzorků plazmových nástřiků byla tepelná vodivost změřena již v předchozích experimentech, u kompaktního wolframu je tato veličina známá a tabelována. Tepelnou vodivost jsme měřili tedy pouze u vzorku ODS oceli.

Při měření tepelné vodivosti byla použita aparatura FL-3000 značky Anter, jež využívá flash techniky, popsané v části 3.4.

Pomocí mikrometru byla změřena tloušťka vzorku ODS oceli:

Tloušťka vzorku: $5,37 \pm 0,01$ mm

Pro účely měření tepelné vodivosti je zásadní znát tloušťku vzorku s dostatečnou přesností. Délku a šířku vzorku je postačující určit posuvným měřítkem:

Délka vzorku: $10,0 \pm 0,1$ mm

Šířka vzorku: $10,0 \pm 0,1$ mm

Měření tepelné vodivosti vzorku ODS oceli bylo provedeno při třech různých teplotách vzorků: přibližně 100, 300 a 500°C. Pro hustotu vzorku ODS oceli používal program známé hodnoty hustot nerezavějící oceli za daných teplot:

Pro teplotu 100°C: $7980,6 \text{ kg.m}^{-3}$

300°C: $7894,3 \text{ kg.m}^{-3}$

500°C: $7796,0 \text{ kg.m}^{-3}$

Aproximace hustoty ODS oceli známou hustotou nerezavějící oceli je v případě tohoto měření dostačující. Získané výsledky jsou shrnuty v tabulce 4.3.:

Teplota [°C]	Teplotní vodivost λ [cm^2/s]	Měrná tepelná kapacita c_v [J/kg.K]	Tepelná vodivost k [W/m.K]
99	$0,087 \pm 0,003$	493 ± 3	$33,8 \pm 1,1$
301	$0,072 \pm 0,002$	545 ± 13	$31,1 \pm 0,9$
509	$0,055 \pm 0,002$	810 ± 3	$34,5 \pm 1,0$

Tabulka 4.3. Výsledky měření tepelné vodivosti ODS oceli

Hodnoty tepelné vodivosti známých ocelí se pohybují v rozmezí 20-90 W/m.K. V tomto rozsahu leží též námi změřená hodnota tepelné vodivosti ODS oceli. V práci [23] byla určena hodnota tepelné vodivosti ODS oceli velmi podobného složení 24 W/m.K.

Tepelné vodivosti ostatních vzorků jsou uvedeny v následující tabulce (data získána z ÚFP AV):

Materiál	Tepelná vodivost k [W/m.K]
Kompaktní wolfram	160
Kompaktní měď	400
Plazmový nástřík mědi	80 - 120
Plazmový nástřík wolframu	15 - 30
Plazmový nástřík oceli 316	12 - 20

Tabulka 4.4. Znamé tepelné vodivosti studovaných materiálů

Experimentálně změřená tepelná vodivost ODS oceli je o řád nižší, než hodnoty tepelné vodivosti objemových materiálů mědi a wolframu. Data rovněž ilustrují skutečnost, že plazmově stříkaný materiál vykazuje nižší tepelnou vodivost než objemový materiál (u wolframu je tepelná vodivost plazmového nástříku přibližně desetkrát menší, u mědi je přibližně čtyřikrát menší než u objemové struktury).

4.4. Výhledové diagnostické metody

Vybrané vzorky materiálů budou po jejich expozici vysokoteplotním plazmatem ve vakuové nádobě tokamaku výhledově zkoumány následujícími analytickými metodami s vysokým rozlišením ve směru kolmém na povrch [24]:

- **AES** (Auger electron spectroscopy) – metoda, při níž je povrch studovaného vzorku ozářen elektrony o energiích v rozmezích 2-50 keV; při vyražení elektronu z vnitřní vrstvy elektronového obalu vznikne na jeho místě vakance, jež je zaplněna elektronem z vnější vrstvy elektronového obalu. Energie, jež se při tomto zaplnění uvolní, je vyzářena ve formě rtg. záření nebo dojde k excitaci elektronů, tzv. Augerových elektronů. Metoda umožňuje chemickou analýzu povrchu vzorku.
- **PIXE** (Particle/Proton-induced X-ray emission) – opět umožňuje prvkovou analýzu studovaného vzorku, metoda ovšem využívá dopadu iontů či protonů na materiál; po vyražení elektronu z vnitřní slupky elektronového obalu dojde k přeskočení elektronu z vyšší energetické hladiny, přeskok je doprovázen vyzářením fotonu o specifické vlnové délce z oboru rtg. záření.
- **ERDA** (Elastic recoil detection analysis) – je založena na pružném rozptylu nabitých částic, metoda umožňuje získat hloubkový profil prvků ve studované látce. Pomocí vhodného detektoru detekujeme lehčí částice vyražené z terče těžšími dopadajícími ionty.

- **RBS** (Rutherford backscattering spectrometry) – metoda je stejně jako ERDA založena na pružném rozptylu nabitých částic, u RBS detekujeme odražené nabitě částice, jež jsou lehčí než atomy terče. Stejně jako u výše zmíněné metody je možné studovat hloubkové profily prvků ve vzorku.
- **SIMS** (Secondary ion mass spectrometry) – studovaný vzorek je bombardován ionty, z povrchu vzorku jsou vyráženy částice, z nichž je část ionizována. Sekundární ionty jsou analyzovány pomocí hmotnostního spektrometru, metoda tedy umožňuje prvkovou analýzu povrchu.

Závěr

Práce byla zaměřena na studium struktury a relevantních fyzikálních vlastností vzorků, jež budou výhledově exponovány vysokoteplotním plazmatem v tokamaku Compass-D.

Teoretická část práce obsahuje úvod do studia problematiky výběru fúzních materiálů, zejména materiálů první stěny a popisuje procesy, k nimž dochází během plazmového výboje (implantace, eroze, cestování částic v objemu tokamaku, redepozice, kodepozice s tritiem, odpařování atd.). Perspektivními materiály první stěny tokamaku jsou:

- wolfram,
- berylium,
- uhlíkové kompozity.

Potenciálně zajímavou technologií depozice vrstev materiálů na první stěnu tokamaku se jeví díky svým charakteristikám technologie nanášení vrstev pomocí plazmového stříkání. Nutná je ovšem další studie takto připravených vrstev a optimalizace procesu přípravy.

Jako perspektivní konstrukční materiál se jeví zejména ODS ocel s příměsí chromu.

Experimentální část práce zahrnovala studium charakteristik vybraných materiálů, které jsou potenciálními kandidáty pro použití v různých částech fúzního tokamaku následujícími experimentálními metodami:

- studium mikrostruktury vzorků metodou optické a skenovací elektronové mikroskopie,
- analýza složení vzorků metodou EDS,
- měření mikrotvrdosti vzorků,
- měření tepelné vodivosti.

Analýza snímků struktur plazmových nástřiků odhalila u některých vzorků přítomnost oxidických vrstev, které vznikly v důsledku plazmového stříkání vzorků ve vzduchu.

Změřené hodnoty mikrotvrdosti u plazmových nástřiků jsou pouze orientační. Některé neočekávané hodnoty HV (např. u gradované vrstvy vyšší hodnota HV v oblasti čisté mědi ve srovnání se směsí wolframu a mědi, resp. vyšší HV u nástřiku oceli než u nástřiku wolframu) lze vysvětlit mikrostrukturními nehomogenitami (vyšší pórovitostí) příslušné části vrstvy resp. nástřiku případně přítomnosti oxidických vrstev na povrchu.

Zjištěná hodnota tepelné vodivosti ODS oceli ($\sim 33 \text{ W/m.K}$) se pohybuje v rozmezí známých hodnot tepelných vodivostí ocelí.

Kvalitativní analýza vzorků pomocí EDS potvrdila u gradované vrstvy wolframu na mědi přítomnost oxidických vrstev. U objemového vzorku wolframu byla zjištěna přítomnost uhlíku, pravděpodobné nečistoty. U vzorku ODS14%Cr oceli byla zjištěna přítomnost příměsí uhlíku a křemíku (uhlík může být rovněž nečistota).

U plazmových nástřiků metoda EDS indikuje přítomnost oxidických vrstev ve struktuře nástřiku, jež byly do vzorku zaneseny v důsledku stříkání ve vzduchu. Stříkáním ve vakuu by bylo možné tento jev redukovat.

Literatura

- [1] G. McCracken, P. Stott, Fúze: Energie vesmíru, Mladá fronta, Praha 2006
- [2] M. Řípa, J. Mlynář, V. Weinzettl, F. Žáček, Řízená termojaderná fúze pro každého, TA Print, Praha 2011
- [3] J. Matějček, Vliv neutronového záření na fúzní materiály (s přihlédnutím k plazmovým nástřikům), Výzkumná zpráva ÚFP č.1/2008
- [4] H. Bolt et al., Plasma facing and high heat flux materials – needs for ITER and beyond, Journal of Nuclear Materials 307-311 (2002) 43-52
- [5] S.J. Fielding et al., Ohmic H-mode power thresholds and recycling on COMPASS-D, Journal of Nuclear Materials 220-222 (1995) 284-287
- [6] S.J. Fielding et al., ELM structure in the boundary plasma on COMPASS-D, Journal of Nuclear Materials 241-243 (1997) 902-907
- [7] M. Řípa, R. Pánek, J. Mlynář, Instalace tokamaku COMPASS v Praze, Čs. čas. fyz. 58 (2008), 200-207
- [8] J. Matějček, P. Chráska, J. Linke, Thermal spray coatings for fusion applications – review, Journal of Thermal Spray Technology 16(2007) 64-83
- [9] J. Roth, E. Tsitron, A. Loarte, Plazma-wall interaction: a complex combination of surface processes critical for thermo-nuclear fusion, Journal of Physics: Conference Series 100 (2008) 062003
- [10] J. Roth et al., Recent analysis of key plasma wall interactions issues for ITER, Journal of Nuclear Materials 390-391 (2009) 1-9
- [11] http://en.wikipedia.org/wiki/Thermal_spraying#Plasma_spraying
- [12]. Maier et al., Tungsten coatings for the JET ITER-like wall project, Journal of Nuclear Materials 363-365 (2007) 1246-1250
- [13] G.F. Matthews et al., Development of divertor tungsten coatings for the JET ITER-like wall, Journal of Nuclear Materials 390-391 (2009) 934-937
- [14] <http://www.thermalspray.com/plasma-spray-coatings/>
- [15] J. Matějček et al., Plasma sprayed tungsten-based coatings and their usage in edge plasma region of tokamaks, Acta Techn. CSAV 51 (2006), 1-???
- [16] J. Matějček, R. Mušálek, Thermal spray crossing borders (Proc. Intl. Thermal Spray Conf.), DVS Verlag, Dusseldorf, (2008), 1412-1417
- [17] E. Dohnalova, Vysokoteplotní zkřehnutí feritické oceli 14%Cr ODS oceli v taveninách olova, diplomová práce, VUT Fakulta strojního inženýrství, 2011, Brno

[18] H. Hadraba et al., Influence of microstructure on impact properties of 9-18%Cr ODS steels, *Journal of Nuclear Materials* 411 (2011) 112-118

[19] http://en.wikipedia.org/wiki/Vickers_hardness_test

[20] http://en.wikipedia.org/wiki/Thermal_conductivity

[21] http://pdf.directindustry.com/pdf/anter-corporation/flashline-3000-thermal-properties-analyzer/58518-79286-_2.html

[22] <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=50f320bd1daf4fa7965448c30d3114ad&ckck=1>

[23] G. Pintsuk et al., High heat flux testing of 12–14Cr ODS ferritic steels, *Journal of Nuclear Materials* 396 (2010) 20-25

[24] H. Czichos, T. Saito, L. Smith, *Springer Handbook of Material Measurement Methods*, Springer, 2006