

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI FISICA E ASTRONOMIA
LAUREA TRIENNALE IN FISICA

Accumulo e rilascio di D e T in materiali di prima parete dei reattori a fusione

Autore:
Bianchi Anna,
1052357

Relatore:
Dott. Carnera Alberto

Anno accademico 2014–2015

A chi mi ha sostenuta

Indice

1	Introduzione	3
1.1	Materiali di prima parete nei reattori a fusione	3
1.2	Proprietá del materiale scelto	4
1.3	Illustrazione del fenomeno di accumulo e rilascio di D e T e relative problematiche	4
2	Approccio sperimentale	6
2.1	Descrizione tecniche maggiormente diffuse	6
2.1.1	TDS (Thermal Desorption Spectroscopy)	6
2.1.2	NRA (Nuclear Reaction Analysis)	7
2.1.3	SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry)	8
2.2	Fasi Sperimentali	10
2.2.1	Irraggiamento del campione	10
2.2.2	Analisi morfologica dello stato del campione dopo l'irraggiamento con SEM (Scanning Electron Microscopy)	10
2.2.3	Analisi assorbimento D e T con profili di densità	12
2.2.4	Analisi dei tempi e delle modalità di rilascio di D e T	13
3	Esempi di risultati ottenuti	14
3.1	Confronto tra irradiazione ionica e neutra su campioni di tungsteno [7]	14
3.1.1	Introduzione	14
3.1.2	Esperimento	14
3.1.3	Risultati e discussione	15
3.1.4	Conclusioni	16
3.2	NRA <i>in situ</i> ed <i>ex situ</i> su campioni di tungsteno danneggiati ed integri [8]	17
3.2.1	Introduzione	17
3.2.2	Esperimento	17
3.2.3	Risultati	17
3.2.4	Conclusioni	19
3.3	Analisi con SIMS di blocchi di tungsteno dopo l'accensione di JET-ILW [9]	20
3.3.1	Introduzione	20
3.3.2	Esperimento e risultati	20
3.3.3	Discussione	22
3.3.4	Conclusioni	22
4	Conclusioni	23
	Bibliografia	25

Capitolo 1

Introduzione

1.1 Materiali di prima parete nei reattori a fusione

In un reattore a fusione come ITER il plasma è confinato in un campo magnetico toroidale. Data l'elevata temperatura del plasma di fusione, $> 10^8 K$, si è cercato di ridurre al minimo i contatti tra plasma e parete. In queste zone di contatto il plasma interagisce con la parete negativamente per il funzionamento del reattore. La forma ideata per il tokamak, termine derivante dal russo che indica una camera toroidale con bobine che generano un campo magnetico, è quella riportata in figura 1.1:

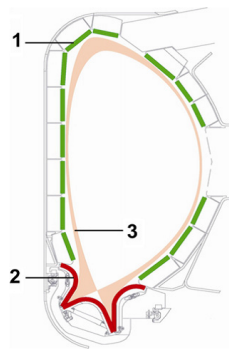


Figura 1.1: Sezione trasversale tokamak [2]

- 1 - Superficie delle blanket boxes, ovvero la prima parete del reattore che interagisce con il plasma e ne trasmette il calore
- 2 - Il divertore, la parte di parete contro cui viene deviato il plasma che sfugge alle linee di campo magnetico
- 3 - Linee di campo magnetico che dirigono le particelle esauste, principalmente elio, verso la piastra bersaglio del divertore.

La ricerca di materiali che meglio si adattano all'utilizzo in queste condizioni continua ad essere un punto focale nello sviluppo dei reattori a fusione, a causa dei seguenti problemi dovuti all'interazione plasma – parete:

- Comportamento dei materiali di prima parete sottoposti ad elevati carichi termici
- Erosione della prima parete
- Rideposizione del materiale eroso
- Impurità nel plasma di fusione
- Assorbimento di isotopi di idrogeno da parte della parete

- Rilascio degli isotopi assorbiti con possibili materiali pesanti

Lo scopo di questa tesi é fare il punto sul fenomeno di accumulo e rilascio di deuterio e trizio nei materiali di prima parete, analizzando le tecniche maggiormente usate e riportando alcuni risultati recenti.

1.2 Proprietá del materiale scelto

Il materiale scelto é il tungsteno (W). Le caratteristiche che rendono questo elemento il piú adatto all'utilizzo in prima parete dei divertori dei reattori a fusione di prossima generazione sono molteplici. Studi recenti hanno appurato che il tungsteno ha basso potenziale di ionizzazione, basso tasso di erosione, non é soggetto a erosione chimica causata dall'idrogeno del plasma, non si co-deposita con gli isotopi di idrogeno ed é facilmente riparabile con la tecnica del plasma spray. Presenta inoltre buone proprietá termiche tra cui l'elevato punto di fusione, che evitano lo scioglimento della superficie della prima parete a contatto con il plasma. Il bombardamento della superficie di tungsteno con alte fluenze di particelle a bassa energia puó però portare a cambiamenti nella microstruttura che comportano erosione, accumulo di polveri e ritenzione di materiali provenienti dal plasma di fusione. I blocchi di tungsteno sono di solito costruiti tramite metallurgia delle polveri (powder metallurgy o PM), processo con cui si indica la sequenza di operazioni che portano alla compattazione e trasformazione di polvere metallica in un materiale compatto. Il tungsteno prodotto con questa tecnica ha densità pari circa al 99,95% del W convenzionale, é un materiale policristallino e mostra una struttura a grani allungati parallelamente alla superficie. Il tungsteno é fragile a temperatura ambiente e si puó facilmente avere propagazione di crepe lungo i bordi dei grani; tuttavia, aumentandone la purezza, si rinforzano i legami tra i grani e si ha come conseguenza un passaggio da fragile a duttile a temperature inferiori rispetto a quelle osservate a densità standard. A 800K circa aumentano le dimensioni dei grani e si ha uno spostamento verso il bordo delle impuritá; si tratta principalmente di carbonio e ossigeno, ma possono rimanere anche tracce di ferro, molibdeno e metalli alcalini. Sia le impuritá che i difetti sono trappole per l'idrogeno causandone un aumento della ritenzione nel tungsteno.

1.3 Illustrazione del fenomeno di accumulo e rilascio di D e T e relative problematiche

Una delle problematiche piú discusse e ricercate negli ultimi anni, sia per motivi di sicurezza (il trizio é radioattivo) che di funzionalità del reattore riguarda l'accumulo e il successivo rilascio di isotopi di idrogeno provenienti dal plasma di fusione. La prima parete del divertore é sottoposta a fluenze di particelle del plasma ad alte temperature per tempi prolungati: l'interazione plasma-parete é quindi estremamente rilevante. Nella maggior parte dei metalli l'idrogeno e i suoi isotopi sono solubili e diffondono. L'efficienza di questi fenomeni dipende da molti fattori tra cui i metodi usati per la produzione del tungsteno, le impuritá presenti sulla parete, le condizioni di carico, la temperatura, l'energia del flusso, la fluenza dell'idrogeno incidente e il danneggiamento risultante del materiale. I difetti presenti sulla superficie restano la principale causa di ritenzione; questi vengono anche definiti trapping sites, ovvero zone in cui una molecola atomicamente legata che non interagisce con altro idrogeno e con energia inferiore rispetto a quella degli isotopi in soluzione viene intrappolata. Le cause di questi siti sono:

- *Difetti intrinseci*: bordi di grani (possono agire sia come trappole che come percorsi di fuga nel tungsteno), lacune, vuoti (conseguenze del metodo di costruzione).
- *Impuritá*: carbonio, ossigeno, zolfo (le cui forme fisiche e chimiche nel tungsteno sono ancora da chiarire). Carbonio e ossigeno reagiscono inoltre con l'idrogeno, rendendo lo studio di tali interazioni piú complesso. Le impuritá tendono ad essere confinate nei bordi di grano indebolendo i legami tra i grani vicini.

- *Difetti estrinseci e impurità impiantate*: causati da qualsiasi tipo di iniezione di particelle energetiche nel materiale. La maggior parte delle particelle impiantate rimane nel materiale, contaminandolo.

Lo studio del comportamento degli isotopi di idrogeno é importante per poter prevedere le reazioni della parete di ITER e la sua resa nel tempo. Inizialmente infatti era stata prevista l'installazione di una parete rinforzata al carbonio per la fase di accensione, tuttavia si potrebbero ridurre enormemente i costi installando fin dall'inizio il divertore interamente composto da tungsteno senza dover procedere alla sostituzione di quello in carbonio. Affinché ciò sia possibile é necessario conoscere le reazioni della parete al carico iniziale di accensione ed il suo comportamento nelle fasi successive. La ritenzione di isotopi di idrogeno ne comporta una diminuzione nel plasma del carburante necessario alle fusioni nucleari che alimentano il reattore. Tuttavia il solo assorbimento di deuterio e trizio non rappresenterebbe di fatto un problema, in quanto comporterebbe solo la necessità di sostituire il plasma una volta divenuto inefficace. Si potrebbe inoltre procedere con lo sviluppo di tecniche di pulizia della parete in modo da evitare il rilascio di questi materiali. La fase piú problematica di questo fenomeno é però costituita dal rilascio dei materiali provenienti dal plasma. Deuterio e trizio, assorbiti dal tungsteno, vengono rilasciati a causa dell'elevata temperatura e del bombardamento della parete da parte di particelle energetiche (tutto ciò con modalità e tempi non ancora del tutto noti). Il desorbimento incontrollato di isotopi di idrogeno comporta aumenti di energia del plasma e conseguente instabilità del processo di fusione, con il rischio di danneggiare il reattore. Non é chiaro inoltre se le molecole di deuterio e trizio rilasciate portino con loro ioni di tungsteno; la presenza di questi ioni nel plasma lo renderebbe piú pesante ed inefficace, danneggiandolo. I principali parametri per lo studio questo fenomeno sono il coefficiente di diffusione, il coefficiente di permeabilità e la solubilità dell'idrogeno nel tungsteno: il primo é importante per tracciare il profilo di concentrazione di deuterio e trizio nel W, il secondo determina l'efficienza del W come film protettivo della parete del reattore, il terzo, infine, governa i processi di accumulo e rilascio di deuterio e trizio individuandone la concentrazione massima possibile nel materiale. Sono stati elaborati molti modelli per calcolare i suddetti parametri, ma non sono precisi e non rispecchiano l'andamento dei pochi dati per un ampio spettro di temperature ed energie. Per quanto riguarda invece il fenomeno di accumulo e rilascio di deuterio e trizio sono state elaborate tecniche sperimentali sempre piú specifiche e precise. Tra le piú utilizzate troviamo la Thermal Desorption Spectroscopy (TDS) per lo studio degli spettri di desorbimento degli isotopi di idrogeno al variare della temperatura, la Nuclear Reaction Analysis (NRA) e la Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS) per i profili di profondità degli isotopi di idrogeno trattenuti nel tungsteno.

Capitolo 2

Approccio sperimentale

2.1 Descrizione tecniche maggiormente diffuse

2.1.1 TDS (Thermal Desorption Spectroscopy)

La TDS o Thermal Desorption Spectroscopy é l'analisi di gas presenti in una camera a vuoto dopo che sono stati desorbiti da un campione solido riscaldato gradatamente. Alcuni studiosi preferiscono riferirsi a questa tecnica con il nome TPD o Temperature Programmed Desorption é non si tratta prettamente di una tecnica di spettroscopia. Si usa il termine spettroscopia perché per caratterizzare le molecole emesse dalla TDS é posto nella camera uno spettrometro di massa QMS (Quadrupole Mass Spectrometer). L'assorbimento avviene quando l'interazione attrattiva tra particelle di gas e superficie é sufficientemente forte da rendere trascurabile l'effetto di disordine termico oppure quando la sovrapposizione degli orbitali molecolari di particelle e superficie permette la formazione di legami chimici. Nel primo caso si parla di fisisorbimento mentre nel secondo di chemisorbimento, il quale presenta energie di dissociazione superiori al primo. L'assorbimento non si verifica a basse temperature; questo puó essere attribuito alla necessità di un'energia di attivazione, ovvero una soglia di energia e conseguentemente di temperatura, oltre alla quale ha inizio il processo di ritenzione del gas nel solido. Tramite il riscaldamento del campione é possibile effettuare il processo inverso all'assorbimento: il desorbimento termico. La superficie viene progressivamente riscaldata fino a raggiungere la cosiddetta Desorption Temperature o temperatura di desorbimento, la quale l'energia trasferita alla specie assorbita é tale da causarne la riemissione. La temperatura di desorbimento dipende dall'energia di legame o di assorbimento del campione, é cosí possibile comprendere da quale sito nella superficie é stata emessa una molecola. Dallo spettro ricavato poi con lo spettrometro di massa é possibile dedurre la massa delle molecole emesse e di conseguenza la specie e la quantità. La curva di desorbimento che si ricava dall'analisi dati ha andamento simile a quello riportato in figura:

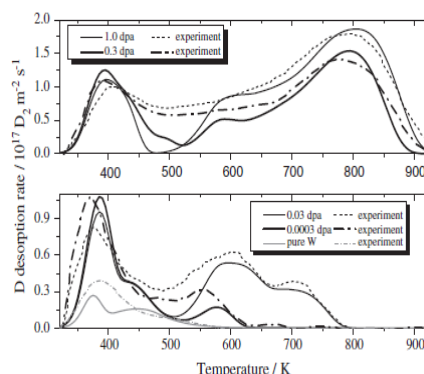


Figura 2.1: Profilo TDS [10]

L'apparato é principalmente formato da una camera a vuoto in cui viene emesso il gas rilasciato dal campione in un fornello, la temperatura aumenta con un tasso di rialzo costante. A que-

st'ultima poi sono collegati vari apparecchi che servono sia ad impostare i parametri necessari a raggiungere le giuste condizioni richieste dell'esperimento, sia a monitorare le grandezze di interesse che poi vengono registrate per l'analisi dati. Si riporta uno schema semplificato di un apparato TDS.

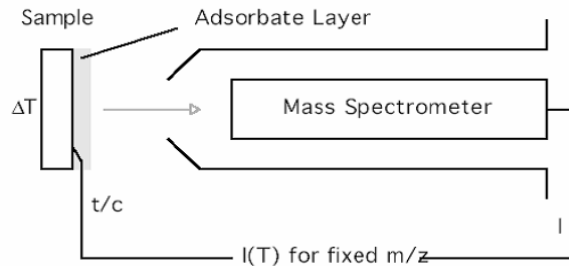
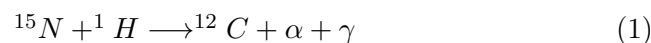


Figura 2.2: Schema sintetico apparato TDS

2.1.2 NRA (Nuclear Reaction Analysis)

Si tratta di un metodo di sperimentazione che si basa su reazioni nucleari che avvengono in un dato materiale in seguito ad un bombardamento di nuclei ad una data energia. Viene usato per tracciare profili di concentrazione in funzione della profondità di specie leggere assorbite in matrici pesanti. Un'altra tecnica simile è il Rutherford Back Scattering o RBS che però non si può usare per elementi leggeri, ma risulta efficace per elementi pesanti e non volatili. Irradiando il materiale con nuclei ad una data energia cinetica è possibile studiare le reazioni nucleari che avvengono tra questi nuclei e i materiali ricercati. Normalmente si usa la NRA in condizioni di risonanza: si emettono nuclei con una precisa energia che si perderà in parte nel materiale, in modo noto, fino a raggiungere l'energia di risonanza ad una data profondità dando origine alla reazione. In questo modo ad ogni energia corrisponde una profondità legata alla perdita di quella necessaria a raggiungere le condizioni di risonanza. Il risultato della reazione è di solito un nucleo eccitato che decade molto velocemente emettendo radiazioni. Dallo studio di queste radiazioni, in particolare dall'energia e dall'intensità, è possibile ricavare la specie atomica rivelata e la quantità in funzione della profondità. Una reazione spesso usata per rintracciare l'idrogeno è la seguente:



Il fotone γ emesso è una caratteristica della reazione e il numero di fotoni γ rivelati per ogni energia incidente è proporzionale alla concentrazione di idrogeno alla corrispondente profondità. Inizialmente si ottiene un profilo profondità – intensità che poi, a seconda della reazione usata, viene convertito in profondità – concentrazione come riportato in seguito:

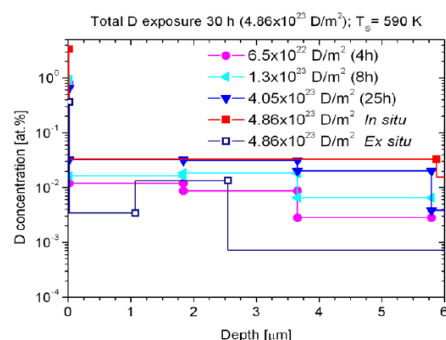
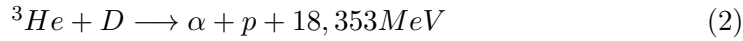


Figura 2.3: Profilo NRA [8]

La NRA può anche essere usata in condizioni di non risonanza, il deuterio ad esempio si rivela facilmente con fasci di 3He con la seguente reazione:



In questo caso è l'energia del protone che dipende dalla profondità dell'atomo di deuterio e la sua quantità consente di conoscerne la concentrazione. Si riporta in seguito un apparato tipico per l'analisi *in situ* di campioni di materiali pesanti:

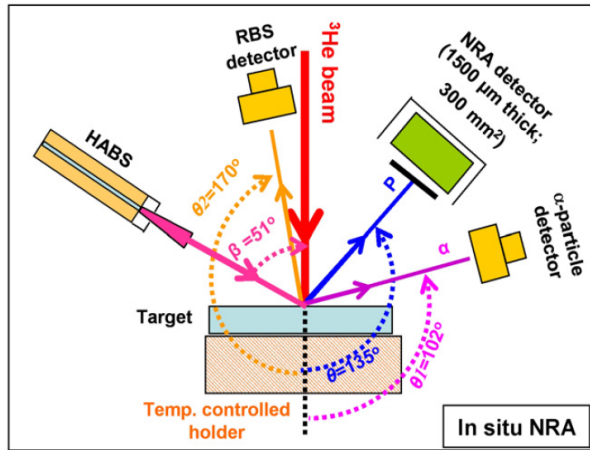


Figura 2.4: Schema apparato NRA [8]

Come si può notare non c'è solo l'apparato per la NRA per l'analisi del campione ma anche altri, tra cui notiamo quello per il RBS. Lo scopo di un apparato così complesso è quello di poter compiere analisi diverse sullo stesso campione. In questo particolare apparato la reazione usata è la (2).

2.1.3 SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry)

La spettrometria di massa di ioni secondari, o SIMS dall'inglese Secondary Ion Mass Spectrometry, è una tecnica generalmente distruttiva usata per la caratterizzazione di superfici. Questa tecnica consiste nel bombardare un campione posto in una camera a vuoto con un fascio di ioni di energia compresa tra 1 e 100 keV. Il fascio di ioni primario incide sulla superficie provocando l'erosione del primo strato molecolare con conseguente rilascio di materiale tra cui atomi, molecole e ioni molecolari. La maggior parte del materiale emesso è neutro, normalmente solo l'1% del totale è carico: queste particelle sono gli ioni secondari. In figura viene illustrato il processo di bombardamento:

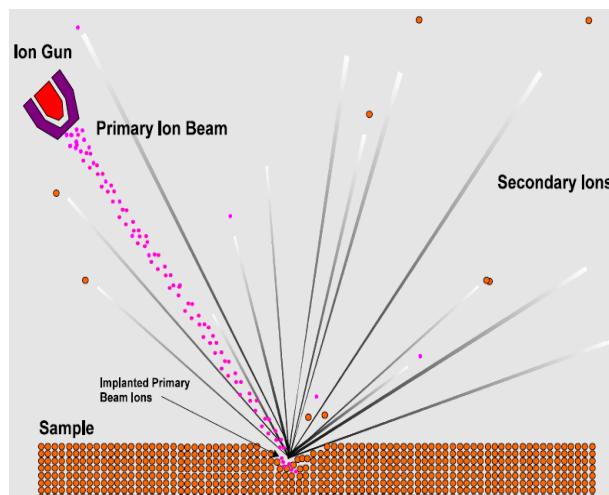


Figura 2.5: Schema processo di bombardamento del campione con tecnica SIMS

Gli ioni secondari vengono poi analizzati da uno spettrometro di massa; è possibile inoltre selezionare una massa specifica che viene acquisita dal rivelatore ottenendo un profilo di densità

per ogni specie analizzata. Si riporta di seguito uno schema semplificato di un apparato per SIMS: Questa tecnica garantisce una buona sensibilità nel rivelare sostanze presenti in tracce in una

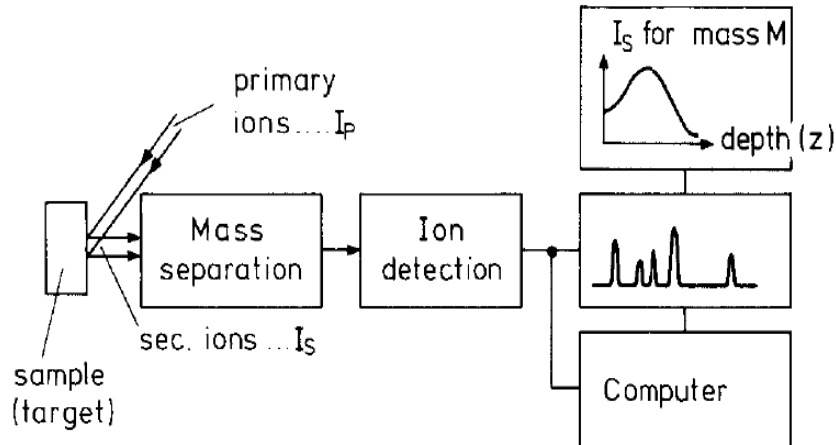


Figura 2.6: Apparato SIMS [11]

matrice solida e un'eccellente risoluzione in profondità. La SIMS è una tecnica distruttiva poiché interagisce col campione provocandone l'erosione. Esistono due tipologie di tecniche SIMS in base all'intensità del fascio di ioni primari e, di conseguenza, in base all'erosione: la SIMS dinamica e quella statica. La prima tecnica è più distruttiva della seconda ma risulta più sensibile e permette analisi quantitative dei risultati; in realtà anche nella tecnica statica il campione viene alterato ma in modo meno significativo che nel caso dinamico, sono infatti necessari tempi di analisi di qualche ora per consumare interamente un solo strato molecolare. Ci sono molti punti a favore dell'uso di questa tecnica: risulta molto sensibile ad elementi leggeri, ha una buona risoluzione in profondità e lateralmente, la velocità di acquisizione è abbastanza elevata, soprattutto nel caso dinamico, ed è possibile un'analisi quantitativa anche se non accurata. Tuttavia ha anche dei lati negativi: si tratta di una tecnica distruttiva la cui sensibilità può essere compromessa da contaminazioni, la risoluzione in profondità inoltre risulta molto buona solo per campioni con superfici piane, non è possibile rivelare elementi volatili e analizza solo elementi presenti in traccia ovvero con concentrazioni $< 1\%$. Si riporta infine un profilo di densità ricavato con questa tecnica:

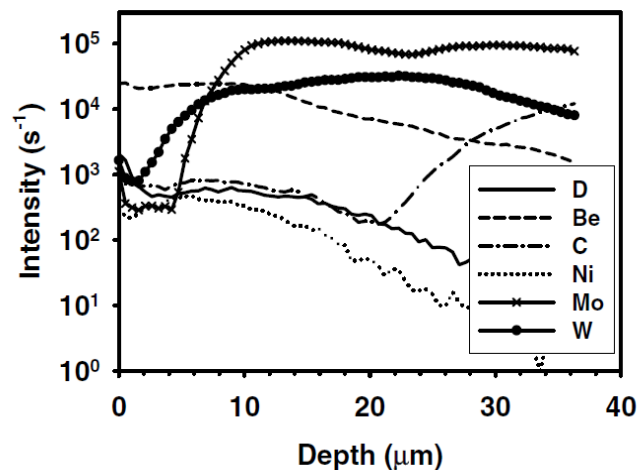


Figura 2.7: Profilo SIMS [5]

2.2 Fasi Sperimentali

2.2.1 Irraggiamento del campione

Prima di poter procedere con l'analisi del problema di assorbimento e rilascio di deuterio e trizio è però necessario riprodurre per un campione di tungsteno l'esposizione a questi isotopi di idrogeno. Esistono principalmente due tecniche usate a questo scopo: l'impiantazione ionica e l'esposizione al plasma di fusione. Entrambe le tecniche producono difetti nel campione come lacune, erosione e modifiche della struttura. Un parametro importante è la tecnica usata per la costruzione del campione e di conseguenza la sua microstruttura, alcuni fattori che dipendono da questo sono: la profondità di assorbimento, la diffusione degli isotopi assorbiti, la concentrazione e la temperatura a cui avviene il massimo del fenomeno. Le due tecniche possono essere usate separatamente ma un campione può essere sottoposto anche ad entrambe.

2.2.1.1 Impiantazione ionica

In questa tecnica il campione viene immerso in una camera a vuoto connessa ad una sorgente di ioni prodotti a correnti elevate, poi viene bombardato da un fascio di ioni così prodotti come avviene in un collider. I parametri fondamentali di questa tecnica sono: la fluenza (numero di atomi impiantati per unità di superficie), l'energia degli ioni, normalmente dell'ordine dei keV, la temperatura a cui viene colpito il campione e l'angolo di incidenza degli ioni che di solito è retto rispetto alla superficie. Si è trovato in molti studi che la ritenzione in questo caso è proporzionale alla radice quadrata della fluenza in modo monotono.

2.2.1.2 Immersione del campione nel plasma di fusione

Con questo metodo si riescono a ricreare situazioni molto simili a quelle a cui è sottoposto il materiale nel reattore, un campione di tungsteno viene infatti immerso in un plasma di deuterio con energie paragonabili a quelle del plasma di fusione di ITER, ma in scala ridotta. Il plasma viene prodotto con un generatore di plasma lineare o un magnetron, ovvero un tubo a vuoto capace di creare microonde non coerenti. Viene applicato all'apparato un bias di tensione in modo da poter impostare l'energia del fascio incidente, mediamente tale energia è di 200eV poiché questa è l'energia caratteristica degli ioni D_2^+ del plasma. La temperatura del campione viene monitorata durante l'esperimento con una termocoppia. In questo caso l'assorbimento dipende linearmente dalla temperatura fino al raggiungimento di un valore massimo, tale limite è fissato da vari fattori tra i quali il metodo di costruzione del campione. Durante questa fase anche l'assorbimento raggiunge il suo massimo per poi iniziare a diminuire con un aumento ulteriore della temperatura.

2.2.2 Analisi morfologica dello stato del campione dopo l'irraggiamento con SEM (Scanning Electron Microscopy)

Per lo studio del campione dal punto di vista morfologico viene usata principalmente come tecnica la Scanning Electron Microscopy (SEM) unitamente ad altre come la Electron Backscattering Diffraction (EBSD). Il microscopio elettrico a scansione (SEM) sfrutta un fascio di elettroni di energia compresa tra 0,2 e 40keV, detti elettroni primari, e non la luce come sorgente di radiazione per colpire il campione. Il fascio primario non è fisso ma scansiona in sequenza una piccola area rettangolare della superficie analizzata. Il fascio degli elettroni primari interagisce con il campione provocando l'emissione di numerose particelle tra cui troviamo: elettroni secondari, elettroni retrodiffusi, raggi X, fotoni nel visibile, correnti indotte dal fascio e, in campioni molto sottili, elettroni trasmessi. Le particelle che interessano questa tecnica sono gli elettroni secondari, le altre vengono analizzate con altri metodi. Gli elettroni secondari vengono raccolti da un rivelatore e convertiti in impulsi elettrici che, a seconda dell'intensità, danno informazioni diverse sul campione. Il risultato di quest'apparato sperimentale è un'immagine in bianco e nero ad elevata

risoluzione, fino ad 1nm, e con grande profondità di campo. Il campione, che deve essere conduttivo altrimenti si ha la produzione di cariche elettrostatiche che disturbano la rivelazione degli elettroni secondari, si trova sotto alto vuoto, ad una pressione inferiore a $10^{-2} Pa$, per evitare che l'aria impedisca la propagazione del fascio. La diffrazione da retrodiffusione elettronica (EBSD) è una tecnica cristallografica microstrutturale utilizzata per esaminare l'orientamento dei cristalli in materiali cristallini o policristallini. Questo metodo sperimentale viene usato per lo studio di difetti e deformazioni nel materiale, l'identificazione delle fasi, il discernimento del materiale, studi morfologici di grani e bordi e, infine, l'indicizzazione e l'identificazione di piani cristallini permettendo una mappatura dell'orientamento dei grani e del reticolo. Sperimentalmente questa tecnica è strettamente legata alla SEM; si serve infatti di un microscopio elettronico a scansione equipaggiato con una camera di diffrazione per retrodiffusione. Tale camera è composta da uno schermo al fosforo posto dove si trova il campione ad un angolo superiore a 90° e da una macchina fotografica CCD a elevata sensibilità che registra l'immagine. Quando gli elettroni primari colpiscono il campione, inclinato di 70° rispetto alla posizione orizzontale, interagiscono con la struttura cristallina soddisfacendo, nella maggior parte dei casi, la legge di Bragg e subendo dunque retrodiffusione. Grazie all'angolo di inclinazione del campione gli elettroni retrodiffusi sono indirizzati verso lo schermo dove impattano facendo emettere luce per fluorescenza, questa viene rivelata dal CCD ed elaborata per formare un'immagine. Quello che si produce è una figura di diffrazione in cui ciascuno dei piani diffrangenti è un piano del reticolo cristallografico che può essere indicizzato con indici di Miller. Queste figure di diffrazione possono essere usate per identificare ed analizzare eventuali deformazioni, ad esempio una figura offuscata è sintomo di una deformazione permanente mentre una ruotata di una deformazione elastica. Entrambe queste tecniche vengono usate nell'analisi del tungsteno prima e dopo l'irraggiamento ottenendo le seguenti immagini:

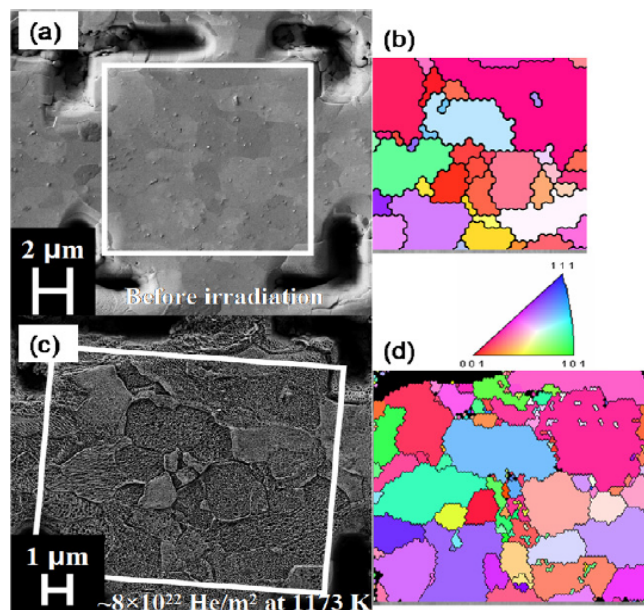


Figura 2.8: Immagini SEM e EBSD di campioni di tungsteno prima e dopo l'irraggiamento [6]

Nelle immagini a) e b) abbiamo i campioni visti con la SEM e la EBSD prima dell'irraggiamento, i colori delle immagini EBSD ci dicono la vicinanza ai piani $\{0\ 0\ 1\}$, $\{1\ 0\ 1\}$ e $\{1\ 1\ 1\}$ in base a quanto descritto nella legenda tra le due coppie di immagini. Le immagini c) e d) descrivono invece il campione dopo l'irraggiamento. Si può notare come i grani del tungsteno non siano regolari, non è infatti costituito da un reticolo cristallino ma da policristalli orientati in modi diversi. A causa di questa diversità tra i grani che compongono il campione, la deformazione della superficie non è uniforme. Sono presenti grani più erosi di altri, tanto che alcuni spariscono. L'erosione dipende dalla morfologia di ciascun grano, la porosità soprattutto, e dall'orientamento. Da uno studio di Garrison e Kulcinski del 2014 si è osservato che i grani con orientamento molto vicino al piano $\{0\ 0\ 1\}$, cioè quelli più tendenti al rosso nelle immagini EBSD,

vengono erosi meno, presentano dunque una resistenza particolare al bombardamento ionico e rimangono, come si nota dalle immagini, quasi totalmente invariati; gli altri invece, man mano che ci sia allontana da questo piano sono molto più rovinati e subiscono variazioni maggiori. Il piano $\{0\ 0\ 1\}$ è l'unico a produrre questa resistenza. Questi risultati rivelano che non si ha a che fare con un materiale cristallino con proprietà periodiche, ma che il tungsteno cambia la sua reazione all'esposizione al plasma in modo diverso a seconda dell'orientazione del grano in cui c'è interazione e della sua morfologia.

2.2.3 Analisi assorbimento D e T con profili di densità

Il campione irraggiato viene analizzato con le tecniche NRA e SIMS già descritte in modo da ottenere dei profili di concentrazione di deuterio e trizio in funzione della profondità rispetto alla superficie del campione. È molto importante conoscere le modalità di assorbimento e la quantità di materiale presente nel tungsteno, soprattutto nel caso di reattori che funzionano con miscele di deuterio e trizio come ITER, poiché un'elevata concentrazione di trizio implica un'alta radioattività che rende il reattore poco sicuro. Con l'analisi delle reazioni nucleari è possibile tracciare un profilo di densità solo dello strato superficiale e a pochi micrometri di profondità con i vantaggi dell'uso di una tecnica non distruttiva. Per studi in profondità è necessario utilizzare la SIMS, perché con questa tecnica viene analizzato, strato per strato, tutto il volume del campione rendendolo però inutilizzabile per altre analisi. I principali esperimenti finora compiuti coinvolgono i reattori prototipi JET-C, tokamak sperimentale con parete in carbonio e JET-ILW (JET ITER-Like Wall) con la stessa parete prevista per ITER. Il primo reattore è stato acceso tra il 2007 e il 2009 e il secondo tra il 2011 e il 2012, sono poi stati spenti per permettere l'analisi delle pareti dopo l'irraggiamento da parte del plasma di fusione. Le differenze ottenute nei vari test per le due pareti sono molteplici e confermano migliore la scelta di una parete in tungsteno con alcune parti ricoperte di berillio. L'erosione del tungsteno e del berillio è molto inferiore a quella del carbonio grazie soprattutto all'assenza di erosione chimica. Si osserva dunque una forte diminuzione della migrazione del materiale eroso nel plasma riducendo le eventuali impurità presenti. Un'erosione minore inoltre comporta un assorbimento ridotto di materiali nella parete poiché è inferiore il danneggiamento di quest'ultima. Questi fenomeni sono quasi tutti diminuiti di un ordine di grandezza nel passaggio dalla parete in carbonio a quella in tungsteno e berillio di ITER. Una volta individuato il materiale ideale per la parete del reattore, sono stati fatti molti studi sul comportamento di tale materiale. È stato sottoposto a fluenze di varia intensità, energia e tipologia confrontandone le prestazioni con quelle di materiali danneggiati in modo da poter prevedere il comportamento della parete anche una volta usurata dal plasma. Si è trovato in alcuni studi che l'assorbimento è maggiore in campioni danneggiati e che la concentrazione di deuterio *in situ*, ovvero durante l'esposizione rimane pressoché la stessa delle analisi *ex situ* svolte sullo stesso campione dopo alcuni giorni o mesi dall'esposizione. Tale fenomeno può essere dovuto al fatto che il deuterio rimane intrappolato nei siti creati dal danneggiamento. Nel caso di un campione non danneggiato si trova una grossa differenza nella concentrazione *in situ* ed *ex situ*, sintomo del fatto che il deuterio in questa situazione si trova in soluzione nel tungsteno con legami molto più deboli che nei trapping sites indotti dal deterioramento e viene rilasciato nel tempo che intercorre tra le due analisi. Questo potrebbe prevedere un maggior assorbimento di deuterio e trizio nel corso del funzionamento di ITER a causa dell'aumento dei danni causati alla parete. Questo potrebbe portare anche ad una diminuzione del rilascio di isotopi di idrogeno perché si troverebbero all'interno di trapping sites con energie di legame elevate. Un altro fattore che influenza l'assorbimento è la fluenza, tendenzialmente la concentrazione di deuterio ritenuto aumenta linearmente con la radice della fluenza. Importante è anche la temperatura del campione al momento dell'esposizione al plasma di deuterio, quest'ultima infatti condiziona la solubilità del deuterio nel tungsteno e la concentrazione di saturazione che decresce con l'aumentare della temperatura. Per temperature elevate inoltre inizia il rilascio del deuterio dai siti a minore energia di legame, provocando così una diminuzione della concentrazione.

2.2.4 Analisi dei tempi e delle modalità di rilascio di D e T

L'ultima fase dell'analisi sperimentale consiste nel capire le modalità di rilascio del deuterio assorbito mediante l'uso della tecnica TDS. Come descritto nel paragrafo precedente, l'irraggiamento aumenta i difetti incrementando l'assorbimento di deuterio e trizio. Il risultato dello spettro della TDS presenta dei grafici temperatura – tasso di desorbimento; normalmente ad ogni picco ad una determinata temperatura corrisponde un'energia di legame associata al sito dal quale è stato rilasciato il deuterio. Per materiali non danneggiati il desorbimento comincia ad alte temperature, se invece sono presenti difetti si osserva desorbimento già a 450K a causa, forse, dell'elevata quantità di deuterio assorbito rispetto ad un materiale integro con siti ad energie di legame molto basse. Nel caso di materiale irraggiato con fasci neutri i difetti sono presenti in tutto il volume del campione e lo spettro si allarga verso temperature più elevate anche prossime a 1000K a causa di un innalzamento dell'energia di attivazione del rilascio di deuterio. Le trappole superficiali non innalzano la temperatura di desorbimento perché il deuterio in quei trapping sites è debolmente legato, ma in quelli in profondità l'energia è elevata. Normalmente si individuano tre picchi nei materiali danneggiati legati a tre energie di legame diverse, possiamo dunque associare a questi picchi diverse tipologie di siti di ritenzione. Il picco a 450K è principalmente legato a siti con atomi singoli debolmente intrappolati; il secondo picco, attorno a 550K è invece dovuto a difetti intrinseci prodotti da irraggiamenti ionici; il terzo picco, oltre 750K, è dovuto a difetti presenti molto in profondità dovuti a irraggiamenti da parte di atomi neutri.

Capitolo 3

Esempi di risultati ottenuti

3.1 Confronto tra irradiazione ionica e neutra su campioni di tungsteno [7]

3.1.1 Introduzione

Il tungsteno è stato scelto come materiale di prima parete nei nuovi reattori a fusione per le sue proprietà. È importante capire gli effetti dei danni causati dalle radiazioni, in particolare radiazioni neutre, a questo materiale. L'irraggiamento di particelle neutre provoca un aumento di trapping sites, che incrementano drasticamente l'assorbimento del trizio modificando lo spettro risultante dalla TDS.

3.1.2 Esperimento

Il campione di tungsteno è stato irraggiato con ioni Fe^{2+} con energia di 2,8 MeV utilizzando il Tandetron Accelerator System, un acceleratore lineare di particelle che si trova all'università di Tokyo. Sono stati preparati tre campioni con livelli di danneggiamento differenti variando le fluenze di ioni: $2,7 \cdot 10^{17} Fe^{2+} m^{-2}$, $3,3 \cdot 10^{18} Fe^{2+} m^{-2}$ e $3,3 \cdot 10^{19} Fe^{2+} m^{-2}$ che corrispondono rispettivamente a 0,025 dpa, 0,3 dpa e 3 dpa (displacements per atom). I quattro campioni analizzati con un microscopio elettronico appaiono così:

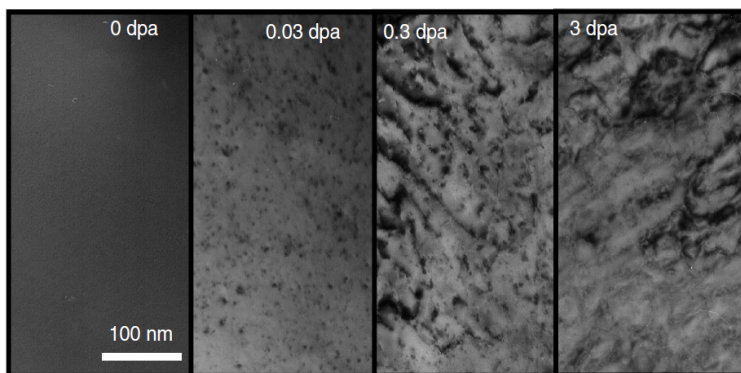


Figura 3.1: Morfologia dei campioni analizzati con microscopio elettronico [7]

I campioni vengono esposti ad un plasma di deuterio e la loro temperatura è controllata con una termocoppia collegata al retro del campione in modo da poterla mantenere costantemente attorno a 473K. Viene analizzato, per poter fare un confronto, anche un campione di tungsteno non danneggiato sottoposto alle stesse condizioni di esposizione. Il flusso di deuterio è $1 \cdot 10^{22} D^+ m^{-2} s^{-1}$ con energia di 100 eV. Dopo l'impianto il campione viene fatto raffreddare per circa 30 minuti mettendo a contatto la lastra in rame su cui è appoggiato con acqua fredda. Una volta pronti, i campioni sono analizzati con il metodo della TDS, applicata con un tasso di riscaldamento pari a $10K min^{-1}$, che li porta da temperatura ambiente a 1273K. Sono mantenuti

a questa temperatura per 30 minuti per avere la certezza che tutto il deuterio assorbito venga rilasciato. Sono poi analizzati solo i picchi corrispondenti a ioni D_2^+ e HD^+ poiché il rilascio di altre specie non è tra gli interessi di questo studio. Dopo la TDS i campioni sono sottoposti alla SEM per studiare gli effetti dell'impiantazione ionica sulla morfologia.

3.1.3 Risultati e discussione

Lo spettro della TDS ricavato dall'analisi è il seguente:

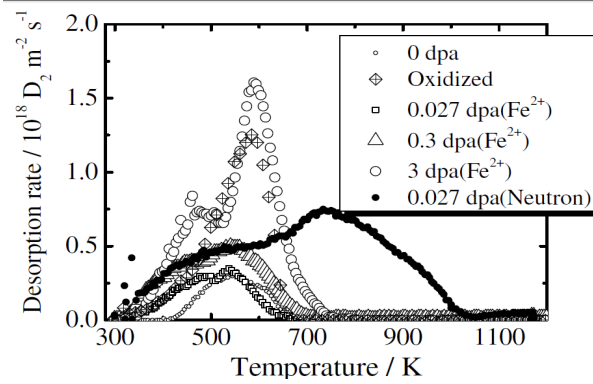


Figura 3.2: Spettro TDS per vari campioni, senza danneggiamento, ossidati, con danni da radiazioni ioniche e radiazioni neutre [7]

Nella legenda troviamo in ordine dall'alto: il campione non irraggiato, quello non irraggiato dopo l'ossidazione, i tre campioni con danni da irraggiamento ionico e il campione sottoposto a irraggiamento con radiazione neutra. Si nota che il picco massimo di desorbimento si ha a 550K. La maggior parte del deuterio è rilasciato subito dopo l'esposizione al plasma, mentre ne è rimasto altro intrappolato in siti a bassa energia di attivazione, quindi emesso a basse temperature. Per i campioni irraggiati con ioni si trova un altro picco di desorbimento a una temperatura di circa 450K, picco non presente per i campioni non danneggiati o per quelli sottoposti a radiazione neutra. Entrambi i picchi nel caso di campione danneggiato ionicamente aumentano di intensità con l'aumentare dei danni. Comparando gli spettri dei campioni irraggiati con ioni e particelle neutre si nota una grande differenza nella forma e, nel secondo caso, un allungamento dello spettro verso temperature più levate con un ulteriore picco attorno a 750K. Queste diversità possono derivare da una differenza nei meccanismi di assorbimento nel caso di trapping sites creati da radiazioni di ioni o neutre. L'irraggiamento da parte di particelle neutre crea danni in profondità e in tutto il volume del campione, con aumento dell'energia di legame dei siti, questa può essere una spiegazione dell'innalzamento della temperatura di desorbimento. Il deuterio assorbito nel campione con 0,025 dpa è 1,5 volte quello assorbito dal campione non danneggiato. Per quanto riguarda i campioni irraggiati ionicamente l'assorbimento raddoppia quando il dpa aumenta di un ordine di grandezza nel range tra 0,025 dpa e 3 dpa. Si assume che il rilascio consista di tre fasi, la prima a 450K, la seconda a 550K e la terza a 750K corrispondenti ai tre picchi chiamati anche rispettivamente 1, 2 e 3. Si può avere una conferma della differenza tra i meccanismi di assorbimento e rilascio che generano il picco 3 rispetto a quelli dei picchi 1 e 2 anche calcolando la FWHM (full-width at half-maximum): per il primo risulta pari a 130K, per il secondo 115K mentre per il terzo 250K. Nel grafico seguente vediamo l'assorbimento per i tre picchi e l'assorbimento totale in funzione del dpa:

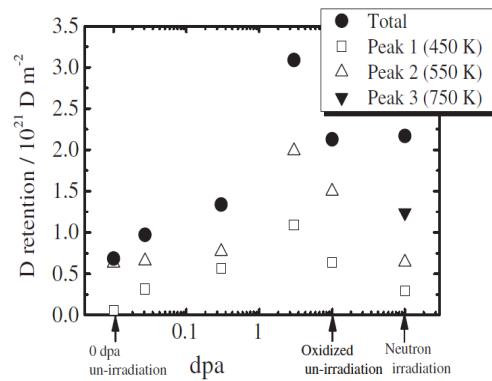


Figura 3.3: Ritenzione D in funzione della densità di danni, sono mostrati anche i risultati per i campioni ossidati [7]

Un abbondante rilascio di deuterio si trova al picco 2 per il campione con 3 dpa. Il terzo picco risulta come anticipato solo per il campione irradiato da particelle neutre e il rilascio al picco 1 per il tungsteno non danneggiato è pressoché nullo. Si esegue poi l'analisi con SEM del campione dopo l'esposizione al plasma e l'analisi con TDS ottenendo le seguenti immagini per i campioni con 0,025 dpa e 0,3 dpa:

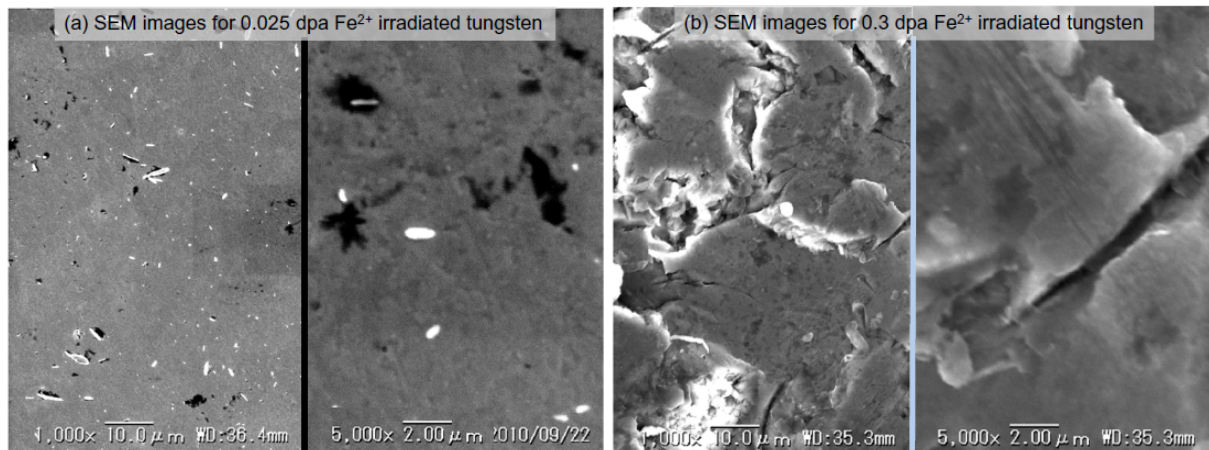


Figura 3.4: Immagini SEM per tungsteno irradiato con ioni con 0,025 dpa (a) e 0,3 dpa (b) [7]

Si nota, confrontando le immagini con la figura 3.1, l'insorgenza di alcune impurità, in bianco nelle immagini, e di pori, in nero mentre prima dell'esperimento i campioni risultavano lisci ed erano individuabili solo i bordi di grano. Nel campione con 0,3 dpa si possono notare fratture lungo i bordi dei grani con cavità e sporgenze che possono indurre distaccamenti ed erosione. Il fattore di ritenzione, ovvero il rapporto tra deuterio irradiato e non irradiato, trovato in questo studio, varia tra 1,5 e 5 in modo consistente con altri studi già pubblicati.

3.1.4 Conclusioni

Si è confrontato lo spettro TDS dei campioni irradiati da ioni e da particelle neutre, trovando che il primo è composto da due picchi mentre il secondo da tre, se ne aggiunge uno ad alte temperature. Il primo stadio di desorbimento a 450K si trova solo per i campioni danneggiati mentre il tasso di desorbimento del secondo picco aumenta con l'aumentare dei danni. Per questo motivo si associa il secondo picco a difetti intrinseci mentre il primo a siti monoatomici con bassa energia di attivazione provocati dall'irraggiamento, il terzo infine a cluster di trapping sites in profondità; l'elevata larghezza del FWHM di quest'ultimo picco mostra la compresenza di un fenomeno di diffusione. Si conclude ipotizzando la profonda diversità dei meccanismi di assorbimento per siti creati da radiazioni ioniche e neutre.

3.2 NRA *in situ* ed *ex situ* su campioni di tungsteno danneggiati ed integri [8]

3.2.1 Introduzione

Si vuole con questo esperimento confrontare gli effetti di radiazioni neutre sull'assorbimento di deuterio e trizio in campioni di tungsteno danneggiati e non mediante l'uso di NRA.

3.2.2 Esperimento

Il profilo di profondità del deuterio viene studiato in questo esperimento analizzando la distribuzione di energia di protoni e particelle α creati dalla reazione nucleare $D(^3He, p)^4He$. Il detector di protoni inclinato 135° posto nella camera a vuoto dell'apparato per NRA, è caratterizzato da uno strato sensibile di $1500\mu\text{m}$ di spessore. Di fronte ad esso viene posto un assorbitore di alluminio spesso $24\mu\text{m}$ per fermare le particelle 3He retrodiffuse e ridurre l'energia dei protoni emessi dalla reazione. La concentrazione vicina alla superficie viene indagata con la reazione $D(^3He, \alpha)H$ usando un fascio con energia inferiore. Per rivelare le particelle α e le particelle 3He retrodiffuse si usa un rivelatore al silicio posto ad un'angolazione di 102° . Un terzo rivelatore inclinato di 170° è usato per rivelare le particelle del fascio primario retrodiffuse (Rutherford Back-Scattering, RBS), vi si pone di fronte un sottile foglio di alluminio ($0,8\mu\text{m}$) per ridurre il rumore provocato dalla radiazione del fascio. Il fascio di elio incide perpendicolarmente alla superficie del campione. Si eseguono le misure con cinque diverse energie del fascio primario di 3He , a partire da 760keV fino a $4,3\text{MeV}$. Il campione viene poi sottoposto a vari test e controlli, la temperatura è monitorata da una termocoppia.

3.2.3 Risultati

Campione danneggiato

Il campione viene irraggiato ad una densità di flusso ionico di $3,5 \cdot 10^{19} D m^{-2} s^{-1}$ perpendicolare alla superficie, il profilo di deuterio viene misurato a varie temperature durante l'esposizione e dopo una settimana dall'irraggiamento. Si osserva che aumentando la fluenza, il deuterio satura i danni creati dall'irraggiamento con tungsteno fino a che il profilo di profondità del deuterio diventa uguale a quello dei trapping sites. La fluenza necessaria a raggiungere la saturazione è minore ad elevate temperature a causa dell'aumento della velocità di diffusione. Si nota inoltre che la concentrazione di saturazione decresce con la temperatura. La figura 3.5a riporta i profili ottenuti nelle misure a 590K , il campione è stato esposto ad un flusso di $7,8 \cdot 10^{23} D/m^2$ per un totale di 48 ore. Dopo 23 ore le trappole prodotte dall'irraggiamento sono quasi completamente saturate. Si osserva, dopo 28,5 e 48 ore, un leggero incremento della concentrazione ad una profondità compresa tra 2 e $3\mu\text{m}$. Le misure *in situ* ed *ex situ* risultano concordi. Lo stesso campione viene analizzato dopo 3 mesi e il contenuto di deuterio sembra diminuito al di sotto dei $2\mu\text{m}$. Un simile studio viene fatto ad una temperatura di 700K con la stessa fluenza e lo stesso tempo di esposizione al plasma. Si ottiene il grafico in figura 3.5b nel quale si nota che il deuterio assorbito raggiunge i $2,5\mu\text{m}$ di profondità nello stesso tempo, circa 3 ore, in cui a 590K era stato raggiunto $1\mu\text{m}$. Nel tempo di esposizione il campione è saturato. Dalle analisi *ex situ* si trovano concentrazioni comparabili a quelle trovate durante l'esposizione al plasma una volta raggiunto il livello di saturazione; non vi sono differenze nel profilo di profondità dopo un'ora e dopo 24 ore dalla fine dell'esposizione.

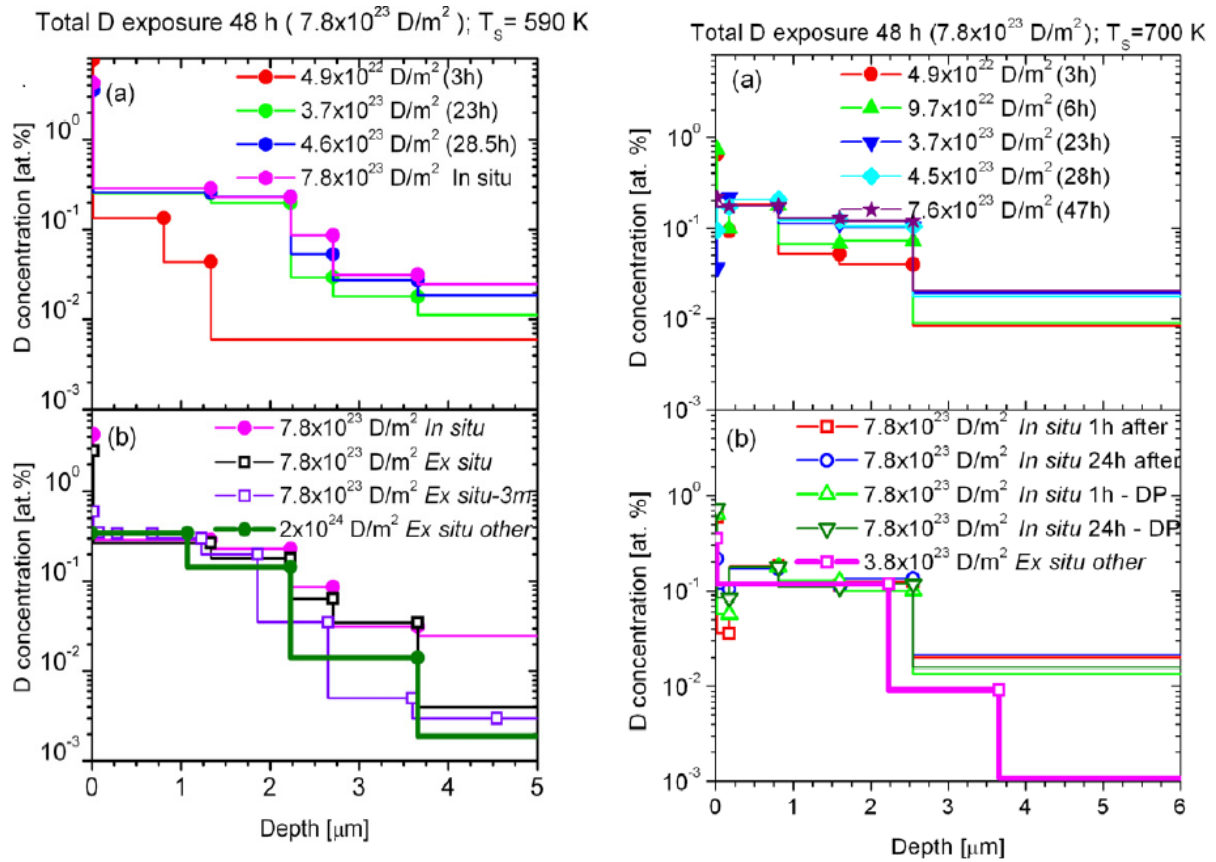


Figura 3.5: Profili NRA per campioni danneggiati a a)590K e b)700K [8]

Campione integro

Le prime analisi NRA *in situ* sono state fatte a 590K durante l'esposizione e dopo la sua conclusione con un tempo totale di esposizione pari a 30 ore. Come nel caso del campione danneggiato le analisi *ex situ* vengono eseguite sullo stesso campione dieci giorni dopo la fine dell'esposizione. I profili ottenuti dalle analisi *in situ* mostrano un livello di assorbimento maggiore rispetto a quello trovato nelle analisi *ex situ*, questo può comportare una diffusione verso l'esterno di deuterio nei giorni che intercorrono tra le due analisi, questo fenomeno viene chiamato assorbimento dinamico. Questa diminuzione non è stata rilevata nel caso del campione danneggiato, il deuterio è quindi più fortemente legato ai trapping sites creati dall'irraggiamento mentre nel caso del campione integro, il deuterio si trova in soluzione con energie di attivazione inferiori. Si ottiene il seguente grafico:

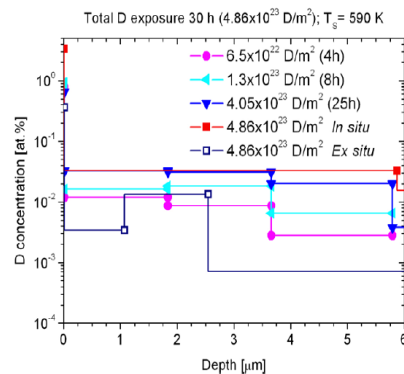


Figura 3.6: Profilo NRA 590K campione integro [8]

Degli studi aggiuntivi sono stati fatti a 500K, temperatura alla quale ci si aspettava assor-

bimento maggiore, ma è stato necessario più tempo di esposizione a causa della diffusione più lenta. La ritenzione finale, dopo 120 ore, è circa due volte maggiore di quella a 590K ma meno omogenea; decresce a $3\mu\text{m}$ indicando la necessità di un tempo di esposizione ancora maggiore per raggiungere la saturazione dei siti in profondità. Con lo scopo di studiare l'assorbimento dinamico, il profilo di profondità del deuterio viene misurato dopo 1 e 8 giorni dalla fine dell'esposizione mantenendo il campione sottovuoto senza però trovare alcuna differenza nel profilo. Si riportano i risultati in figura 3.7.

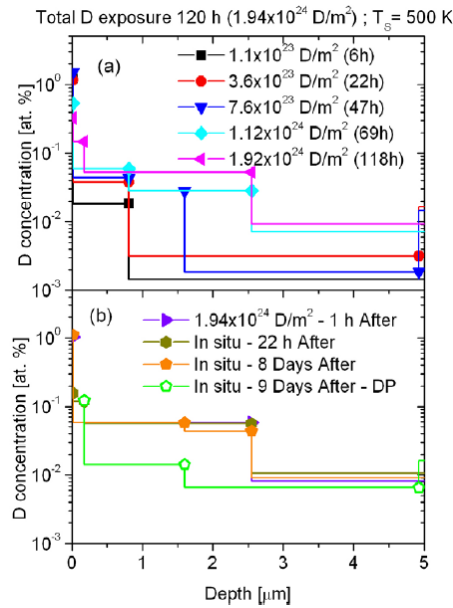


Figura 3.7: Profilo NRA 500K campione integro [8]

3.2.4 Conclusioni

I risultati delle misure *in situ* danno informazioni sul tempo impiegato dal deuterio per raggiungere la concentrazione di saturazione durante l'esposizione. Per il campione danneggiato ci sono risultati comparabili nei profili ottenuti dalle analisi *in situ* ed *ex situ* a differenza invece di quelli del campione integro poiché si trova una perdita di deuterio nel tempo che passa tra le due analisi. Questi risultati mostrano i due contributi principali a questo fenomeno: l'assorbimento dinamico e l'effetto dei difetti presenti nel materiale. L'assorbimento dinamico interviene solo nel caso del campione integro poiché in quello danneggiato il deuterio è legato ai danni con elevate energie, prevale dunque, in questo caso, il secondo contributo. Questa differenza gioca un ruolo importante più nello studio del rilascio di deuterio e trizio che nell'assorbimento in sé.

3.3 Analisi con SIMS di blocchi di tungsteno dopo l'accensione di JET-ILW [9]

3.3.1 Introduzione

Questo esperimento riporta le prime analisi post-mortem dei blocchi rimossi da JET condotte tra il 2011 e il 2012 dopo il primo periodo di funzionamento con la parete progettata per ITER. Si riporta in figura una sezione del divertore di JET-ILW con evidenziati i blocchi esaminati:

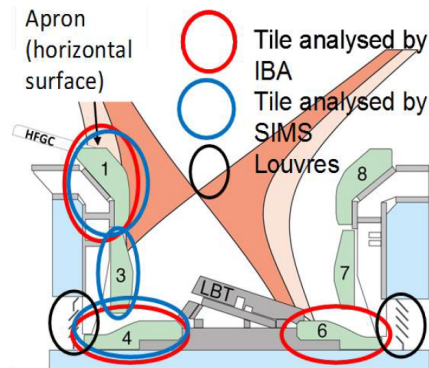


Figura 3.8: Aree del divertore di JET analizzate nell'esperimento [9]

L'attenzione è stata inizialmente posta sui blocchi che nel precedente esperimento con la parete in carbonio avevano riportato maggiori danni tra erosione e deposizione di materiale. Tali blocchi sono stati analizzati con le tecniche SIMS e IBA (Ion Beam Analysis) per studiarne le impurità (principalmente berillio e carbonio) e l'assorbimento del deuterio.

3.3.2 Esperimento e risultati

I blocchi sono stati analizzati sia con NRA che con SIMS, quest'ultima viene usata per poterli studiare in profondità. Il fascio primario è composto da ioni O_2^+ con energia pari a 5keV che colpiscono un'area di 0,3mm x 0,43mm che viene erosa, si raccolgono poi in uno spettrometro di massa gli ioni positivi per l'analisi. I risultati sulla parte alta e quella centrale del blocco 1 con RBS mostrano una piccola concentrazione di tungsteno sulla superficie che aumenta con la profondità, si trova anche una grossa quantità di berillio. La SIMS invece rivela un'elevata concentrazione di deuterio in superficie che diminuisce con la profondità, conferma l'aumento di tungsteno allontanandosi dalla superficie e una concentrazione quasi costante di berillio fino ad una profondità di circa $10\mu\text{m}$, come mostrato nel grafico di seguito:

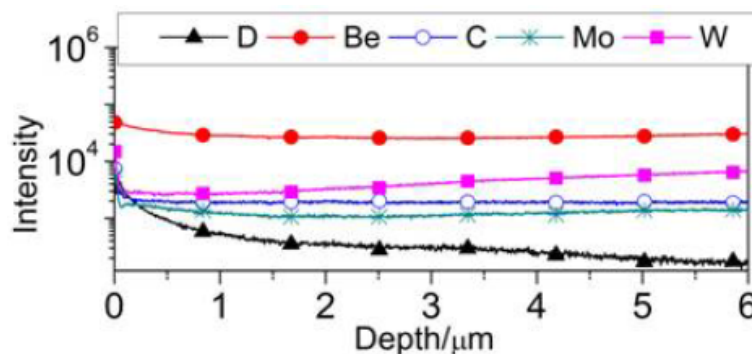


Figura 3.9: Profilo SIMS della parte centrale e di quella alta del blocco 1 [9]

Un simile comportamento si ritrova anche nel blocco HFGC chiamato anche high-delta, ma con profondità diverse. La concentrazione di tungsteno in un micrometro in superficie è inferiore

all'1%, quella totale del berillio è compresa tra $13 \cdot 10^{19} \text{ atomi/cm}^2$ e $9 \cdot 10^{19} \text{ atomi/cm}^2$, la concentrazione di deuterio è circa il 10% di quella di berillio, sono presenti in quantità minore anche nichel, carbonio e ossigeno. Nella parte bassa del blocco si hanno risultati diversi come si può notare dal grafico:

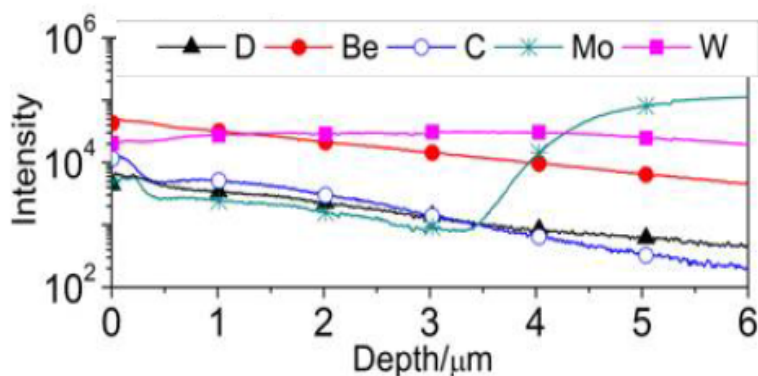


Figura 3.10: Profilo SIMS della parte inferiore del blocco 1 [9]

Si trova una concentrazione di berillio inferiore a quella vista in precedenza mentre quella di tungsteno è più elevata nelle regioni superficiali. C'è un forte aumento del segnale del molibdeno a circa $4 \mu\text{m}$ di profondità dovuto allo strato usato per marcare il blocco. La maggior parte del berillio che si trova nella zona del SOL è situato nel blocco 1 e nel blocco HFGC. Una quantità minore ma abbastanza significativa si ritrova anche nella parte esposta del blocco 4 probabilmente a causa di un fenomeno di migrazione. Viene analizzato anche il blocco 6, situato nella parte esterna del divertore, poiché si erano osservate deposizione e migrazione di materiale in JET-C (esperimento con parete in carbonio). Anche in questo caso si rileva una piccola quantità di berillio in superficie come nel blocco 4. In questi blocchi la concentrazione di deuterio è circa metà di quella del berillio e leggermente inferiore nelle zone più inclinate. In figura sono riportati gli spettri SIMS per la parte inclinata del blocco 4 a destra e la parte non esposta del blocco 3 a sinistra:

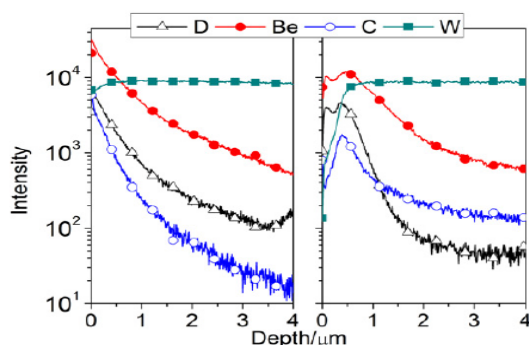


Figura 3.11: Profilo SIMS della parte inclinata del blocco 4 a sinistra e della parte in ombra del blocco 3 a destra [9]

In entrambi i casi si trovano concentrazioni minori rispetto ai blocchi esposti, quindi sia l'inclinazione che il fatto che non sia direttamente esposto, diminuiscono impurità e assorbimento di deuterio in profondità. Vengono infine analizzate le louvres, ovvero delle piccole feritoie che proteggono dalle radiazioni del plasma le bobine che generano il campo magnetico. In precedenza in queste zone era stata osservata un'elevata quantità di materiale depositato; anche in questo caso si trovano depositi di berillio e deuterio in film ma anche tracce di carbonio, ossigeno e tungsteno.

3.3.3 Discussione

Lo scopo di JET-ILW (JET ITER Like-Wall) è quello di vedere se con l'uso del tungsteno nel divertore si riduce la migrazione di impurità nelle zone non esposte e la ritenzione di deuterio proveniente dal plasma rispetto a ciò che era stato misurato con la parete in carbonio. Si nota che per condizioni simili a quelle di JET-C la ritenzione di isotopi di idrogeno è ridotta di quasi un ordine di grandezza, questo fenomeno è dovuto alla diminuzione di berillio trasportato nel divertore. La quantità totale di berillio depositato nel divertore è $25,5\text{cm}^{-3}$ più un accumulo pari a circa 9cm^{-3} rilevato nella parte bassa del blocco 1, nel caso di JET-C la stessa quantità ammontava a 795cm^{-3} . In realtà non è così facile comparare i due esperimenti a causa delle durate diverse e delle molte variabili: i calcoli sono stati eseguiti normalizzando il più possibile i risultati ottenuti. La grossa differenza tra il comportamento del carbonio e del tungsteno è probabilmente dovuta alla diminuzione di erosione chimica che comporta due effetti: la riduzione della quantità di berillio che migra nel plasma dopo essere stato trasportato nel divertore; la diminuzione di ri-erosione dei depositi di materiale poiché ridotti. Sono tuttavia stati trovati picchi di concentrazione di tungsteno in superficie nei blocchi 1 e 3 come prova dell'erosione e ri-deposito del tungsteno nel divertore.

3.3.4 Conclusioni

Si è trovato che con la parete progettata in questo modo, sia la ritenzione di deuterio che la quantità di materiale depositato, berillio in particolar modo, sono ridotti di un ordine di grandezza rendendo tale parete la più efficace sperimentata finora.

Capitolo 4

Conclusioni

Nonostante i molti studi effettuati sui materiali di prima parete per i reattori a fusione, non si riescono ad avere risultati sufficientemente coerenti e quindi conclusivi. I problemi riguardanti l'interazione plasma – parete sono ancora lontani dall'essere risolti. Per questo motivo è necessaria una collaborazione di ricerca interdisciplinare che unisca competenze di ingegneria, di fisica e di scienze dei materiali. Le difficoltà in questo ambito sono dovute principalmente alle estreme condizioni a cui sono sottoposti i materiali e la loro complessità microstrutturale. Vi è quindi la necessità di innovare le tecniche sperimentali e di eseguire una moltitudine di verifiche dei risultati in condizioni anche molto diverse prima di poter applicare nuovi materiali ad un reattore a fusione. Il tungsteno è un materiale policristallino e non uniforme; la maggior parte dei fenomeni studiati varia i suoi effetti a seconda della sua orientazione, della struttura e della morfologia dei cristalliti. Alcuni problemi inoltre sono legati alla discontinuità presente ai bordi di grano. Le differenze, talvolta anche molto significative, nei dati trovati, dunque, sono causate dalle differenze nei materiali usati nei vari studi che possono derivare da processi di manifattura diversi, microstrutture leggermente differenti tra i campioni e da impurità non controllate. Risulta dunque complesso effettuare più studi uguali per ottenere risultati comparabili partendo da campioni differenti. I problemi di accumulo e rilascio di isotopi di idrogeno finora affrontati necessitano di un metodo di ricerca più approfondito e meno empirico. Alcune tecniche come la TDS, la SIMS e la NRA sono state migliorate e affinate negli ultimi anni al fine di applicarle allo studio di questi fenomeni. La SIMS e la NRA presentano ora eccellenti risoluzioni in profondità e nel piano parallelo alla superficie, permettendo di tracciare profili di densità sempre più ottimali e utili per la comprensione del fenomeno di assorbimento. Tale fenomeno, infatti, non solo presenta scarsi dati sperimentali, ma è anche a livello teorico ancora poco chiaro. I meccanismi con cui gli isotopi vengono trattenuti dal tungsteno e la loro quantità non è perfettamente chiarita a livello teorico e dei buoni risultati sperimentali permetterebbero di fare grandi passi avanti in questo campo. Gli studi riportati nei capitoli precedenti spiegano la presenza di due principali fenomeni di assorbimento: chemisorbimento e fisisorbimento. Si è potuto notare che la quantità di isotopi trattenuti e l'energia con cui si legano nel materiale dipende dai siti in cui si trovano. I siti, o trapping sites, possono essere di più tipologie a seconda del meccanismo con cui sono creati: alcuni, più in profondità, sono maggiormente energetici e tendono a trattenere deuterio e trizio più a lungo, altri invece sono più deboli provocando il desorbimento anche a basse temperature. Analisi di NRA *in situ* ed *ex situ* possono permettere di comprendere come cambia il comportamento del tungsteno durante tutto il periodo di funzionamento. Si è infatti notato che nel campione integro, appena acceso il reattore, l'assorbimento avviene a profondità minori ma il rilascio è molto più elevato; con l'aumento progressivo dei danni si trovano tracce di deuterio e trizio più in profondità ma anche maggiormente legati, sono quindi necessarie temperature più elevate per il desorbimento. La seconda fase del problema, forse quella più rilevante ai fini del funzionamento del reattore, è quella del desorbimento. L'assorbimento di isotopi infatti non comporterebbe di per sé un vero e proprio problema, avrebbe come conseguenza quella di scaricare il plasma ma si potrebbe risolvere il tutto con la sostituzione del plasma e la pulizia delle pareti. Il desorbimento invece risulta per ora incontrollato ed imprevedibile, il deuterio e

il trizio riemessi nel plasma provocano degli sbalzi energetici che rendono instabile il reattore. Per questo motivo sono stati condotti molti studi mediante tecnica TDS, si è cercato di trovare il meccanismo di rilascio e le cause che lo provocano in modo da poter ottenere delle previsioni. Gli esperimenti con TDS riportati nel paragrafo 3.1 mostrano 3 picchi di desorbimento a varie temperature che sono stati associati a 3 meccanismi diversi di rilascio legati all'energia degli isotopi nei trapping sites. Il desorbimento dipende dalla temperatura, ma a livello teorico non è ancora chiara la dipendenza precisa. Si cerca inoltre, basandosi sui risultati sperimentali, di stilare dei modelli che possano aiutare a prevedere l'evoluzione della parete del reattore. Degli esperimenti accurati e coerenti permetterebbero di creare modelli sempre più compatibili con la realtà e dunque sempre più efficaci. Lo studio con la tecnica TDS potrebbe inoltre essere utile per ricercare un metodo di pulizia della parete in tungsteno, riscaldando infatti il materiale si induce il rilascio degli isotopi estraendoli dalla parete. La collaborazione tra ricerca sperimentale nelle varie discipline e ricerca teorica è sicuramente la strada da percorrere per poter raggiungere gli obiettivi per poter vincere la sfida di ITER.

Bibliografia

- [1] G. Federici *et al.*, Nucl. Fusion Vol. 41, No 12R (2001), 1967
- [2] M. Rieth *et al.*, J. Nucl. Mater 432 (2013), 482 — 500
- [3] T. Tanabe, Phys. Scr. T159 (2014) 014044
- [4] T. Hirai *et al.*, Phys. Scr. T159 (2014) 014006
- [5] J. Likonen *et al.*, Phys. Scr. T159 (2014) 014016
- [6] L. M Garrison and G. L. Kulcinski, Phys. Scr. T159 (2014) 014020
- [7] Yasuhisa Oya *et al.*, Phys. Scr. T145 (2011) 014050
- [8] S. Markelj *et al.*, Phys. Scr. T159 (2014) 014047
- [9] J. P. Coad *et al.*, Phys. Scr. T159 (2014) 014012
- [10] Y. Oya *et al.*, J. Nucl. Mater. 461 (2015), 336 — 340
- [11] H. Werner, Mikrochim. Acta 114/115, 107 — 127 (1994)
- [12] Chu, Mayer, Nicolet, *Backscattering Spectrometry*
- [13] Feldman, Mayer, *Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis*