

### UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

### FACOLTÀ DI INGEGNERIA

#### DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA ELETTRICA

#### TESI DI LAUREA IN INGEGNERIA DEI PROCESSI INDUSTRIALI E DEI MATERIALI

(Laurea triennale DM 270/04 - indirizzo Processi Industriali)

### TRATTAMENTI SUPERFICIALI DELLA PRIMA PARETE IN GRAFITE DI RFX-mod : ANALISI CHIMICO-FISICHE DI PROVINI E STUDIO DELL'INTERAZIONE PLASMA PARETE

Relatore: Prof. Piergiorgio Sonato Correlatore: Dott. Ing. Samuele Dal Bello

Laureanda: Claudia Gasparrini

ANNO ACCADEMICO 2010 - 2011

## Sommario

Il lavoro di tesi qui presentato descrive le attività, ed è parte integrante, del tirocinio svolto presso il *Consorzio RFX*, situato all'interno dell'Area di Ricerca del CNR di Padova.

Uno dei programmi scientifici del Consorzio RFX è lo studio del confinamento magnetico di plasmi, ad elevata temperatura, prodotti operando la macchina toroidale denominata *RFX-mod*.

L'attività di tirocinio ha avuto lo scopo di studiare i trattamenti superficiali della prima parete in grafite della camera da vuoto di RFX-mod: tali trattamenti vengono utilizzati soprattutto per migliorare il controllo dell'interazione plasma-parete durante gli impulsi di plasma.

L'interazione plasma-parete (detta anche PWI, Plasma Wall Interaction) è un aspetto cruciale presente in ogni esperimento per il confinamento magnetico di plasmi termonucleari poiché interferisce sulle prestazioni degli impulsi e sulle caratteristiche del plasma.

Tra i vari trattamenti adottati in RFX-mod si è concentrato lo studio sulla boronizzazione di cui è stato esaminato l'impianto e la sua capacità di depositare un film di Boro, di diverso spessore, sulla parete in modo da poter correlare lo spessore del film all'azione chimico-fisica del boro sulle performance del plasma.

Non sempre, però, gli effetti previsti dal trattamento vengono riscontrati durante le campagne sperimentali: si è notata, infatti, una certa non ripetibilità dei parametri dei plasmi post boronizzazione.

Per comprendere appieno le ragioni di questo fenomeno è stata attuata una collaborazione tra il Consorzio RFX e lo I.E.N.I. (Istituto per l'Energetica e le Interfasi), situato sempre all'interno dell'area del CNR di Padova.

Si è ipotizzato che la non corrispondenza tra gli studi sperimentali e i risultati ottenuti effettivamente sulla macchina fosse condizionata dall'inefficacia del sistema di boronizzazione nel depositare un film uniforme di boro su tutta la prima parete.

A tal proposito è stato progettato un sistema di inserimento di provini, conformi alla forma e al materiale della prima parete, in grado di posizionare in tre diverse sezioni caratteristiche della camera da vuoto provini in grafite opportunamente trattati.

L'analisi dei suddetti provini, effettuata con lo scopo di misurare lo spessore del film di Boro depositato, è stata eseguita con il S.I.M.S. (Secondary Ion Mass Spectrometry) dello I.E.N.I.: è stata confermata l'ipotesi di non uniformità dello spessore di Boro depositato.

Parallelamente allo studio del processo di boronizzazione, si è analizzato l'effetto del trattamento di GDC (Glow Discharge Cleaning) sulle sonde in Berillio appartenenti ad alcune diagnostiche di plasma. Per analizzare questo fenomeno si è attuata una collaborazione con l'istituto I.C.I.S. (Istituto di Chimica Inorganica e delle Superfici) dell'area di ricerca del CNR: è stata analizzata la morfologia e la composizione dei provini grazie al S.E.M.(Scanning Electron Microscope).

# Indice

INTRODUZIONE			
CAPITO	LO 1 - Principi della fusione termonucleare	3	
1.1	La fusione termonucleare	3	
1.2	Metodi di confinamento	4	
1.	2.1 Confinamento inerziale	4	
1.	2.2 Confinamento magnetico	5	
1.3	Macchine toroidali a confinamento magnetico	6	
CAPITO	LO 2 – La macchina RFX-mod e la prima parete (first wall)	8	
2.1	La macchina RFX	8	
2.2	La camera da vuoto	10	
2.3	Le porte e gli elementi di pompaggio	12	
2.4	La prima parete della camera	13	
CAPITO	LO 3 – Plasma Wall Interaction (PWI): importanza e problema	tiche 15	
3.1	Densità del plasma: parametro fondamentale per lo studio del conf	inamento	
	magnetico	15	
3.2	PWI: interazione plasma parete	16	
CAPITO	LO 4 – Condizionamento della prima parete di RFX-mod (pulit	ura e	
copertur	a)	20	
4.1	Il trattamento termico (Baking)	20	
4.2	I trattamenti a scarica diffusa: $H_2$ - GDC e He- GDC	21	
4.3	La Boronizzazione	24	
4.4	La Litizzazione	26	
CAPITO	LO 5 - Analisi dell'efficacia dei sistemi di copertura parete medi	ante	
l'utilizzo	di provini	28	
5.1	Provini: produzione e posizionamento	28	
5.	1.1 Processo di degasazione strumenti	28	
5.2	Analisi S.I.M.S. dei campioni	32 25	
5.3	Elaborazione dati e risultati ottenuti	35	
5.4	Conclusioni e osservazioni	44	
CAPITO	LO 6 - Analisi dell'interazione della GDC su diagnostiche	46	
6.1 Pi	ovino in berillio: interfaccia diagnostica plasma	46	
6.2 Analisi dei campioni al S.E.M.			
6.3 E	6.3 Elaborazione dati e grafici		
6.4 C	onclusioni e osservazioni	61	
CONCL	USIONI	65	
RIFERI	MENTI BIBLIOGRAFICI	67	

## Introduzione

Il seguente lavoro di tesi presenta il risultato dell'attività svolta presso i laboratori del Consorzio RFX, all'interno dei quali viene operato l'esperimento RFX-mod atto allo studio del confinamento magnetico di plasmi termonucleari in configurazione RFP (Reversed Field Pinch).

È stato studiato il fenomeno denominato PWI (Plasma Wall Interaction), ovvero l'interazione plasma-parete, che è uno dei più cruciali problemi che si manifestano negli esperimenti di confinamento magnetico di plasmi nell'ambito della produzione di energia elettrica dalla reazione di fusione termonucleare. L'analisi dei fenomeni di PWI su ogni reattore presente nel mondo ha promosso lo studio e la progettazione di sistemi di condizionamento della parete (wall conditioning) diversi per ogni reattore che presenti pareti interne di diverso materiale.

A questo proposito si sono studiati i vari sistemi di condizionamento della prima parete in grafite di RFX-mod, quali boronizzazione, litizzazione, baking e H2-He GDC, cercando di comprendere le motivazioni di ogni trattamento in relazione alle caratteristiche della prima parete e al tipo di plasma prodotto e analizzato a Padova.

Uno degli scopi principali del lavoro di tesi è stata la verifica dell'efficacia del sistema di boronizzazione nel creare un film uniforme di Boro sulla prima parete della camera da vuoto. Per poter quantificare il tipo di deposizione sulla parete, in collaborazione con lo I.E.N.I. (Istituto per l'Energetica e le Interfasi), è stata eseguita l'analisi chimico - fisica di provini mediante analisi S.I.M.S (Secondary Ion Mass Spectrometry).

Grazie ai dati ottenuti con tali analisi si è effettuato il confronto di provini posti in diverse posizioni della camera da vuoto per controllare la tipologia della deposizione (se simmetrica o asimmetrica), e il confronto di provini sottoposti a trattamenti di durata differente in un unico sito per studiare i fenomeni di deposizione, erosione e rideposizione.

Dopo aver analizzato il trattamento di boronizzazione ci si è focalizzati anche su un altro trattamento di condizionamento della prima parete: la GDC (Glow Discherge Cleaning) in Elio e Idrogeno. A questo proposito in collaborazione con l' I.C.I.S. (Istituto di Chimica Inorganica e delle Superfici) si è analizzata la finestra di una diagnostica esposta al condizionamento della GDC e si è quantificato e qualificato l'effetto del trattamento grazie alle immagini ottenute dal S.E.M. (Scanning Electron Microscope ).

Il *Primo Capitolo* contestualizza l'argomento della fusione nucleare a confinamento magnetico, descrivendo in maniera sommaria le tipologie di reattori esistenti e le caratteristiche di ciascuno.

Il *Secondo Capitolo* è dedicato alla presentazione della macchina RFX-mod e di alcuni suoi componenti, in particolare, che sono fondamentali per lo studio dei trattamenti di condizionamento della prima parete.

Il *Terzo Capitolo* analizza l'importanza del parametro densità del plasma; viene descritto il collegamento tra questo parametro e il fenomeno PWI, il quale viene definito attraverso la descrizione dei processi fisici – chimici che lo caratterizzano. Viene anche descritta la relazione tra densità, PWI e i trattamenti della prima parete.

Il *Quarto Capitolo* descrive i vari sistemi di condizionamento della prima parete progettati per RFX-mod, e per ciascuno di essi viene definita la funzione a cui dovrebbe assolvere e le problematiche che si verificano durante il processo.

Il *Quinto Capitolo* analizza l'effettiva deposizione di Boro sulla prima parete in grafite che avviene mediante trattamento di boronizzazione. Si descrivono i provini utilizzati, la loro locazione, lo strumento utilizzato per analizzarli e si presentano i risultati estrapolati dai dati ottenuti.

Il *Sesto Capitolo* presenta lo studio sugli effetti prodotti dal trattamento di GDC sulle sonde diagnostiche presenti all'interno della camera da vuoto. Si descrivono i provini in Berillio utilizzati, la loro posizione all'interno della camera durante la scarica di GDC e lo strumento utilizzato per analizzarli riportando direttamente i risultati ottenuti dal suddetto strumento e proponendo un'analisi qualitativa.

# Capitolo 1

### PRINCIPI DELLA FUSIONE TERMONUCLEARE

#### 1.1 La fusione termonucleare

La fusione nucleare si presenta come una possibile fonte di energia sostitutiva rispetto a quelle tradizionali, basate sulla combustione di sostanze fossili o sui processi di fissione nucleare e potenzialmente in grado di rispondere ai bisogni energetici dell'umanità.

Si intende per *reazione di fusione* la reazione tra nuclei di elementi leggeri che vengono uniti per dar luogo a nuclei più pesanti. Affinché ciò avvenga, i nuclei di partenza devono urtarsi con un'energia cinetica elevatissima, per vincere la repulsione coulombiana che fra loro si esercita a causa delle rispettive cariche elettriche positive. Questo può accadere se si mantengono, per tempi sufficientemente lunghi, temperature dell'ordine delle centinaia di milioni di gradi.

La formazione di un nucleo più pesante è resa possibile dall'intervento delle forze nucleari attrattive, la cui azione diviene significativa su distanze tra i nuclei dell'ordine approssimativamente di  $10^{-15}$ m.

Al fine di ottenere la fusione è necessario avvicinare le particelle perché collidano con energia sufficiente per superare la repulsione elettrostatica. Questa interazione è raggiungibile riscaldando opportunamente la miscela combustibile, formata ad esempio da atomi di deuterio o deuterio e trizio, a temperature superiori a 10 keV (circa 100 milioni di gradi centigradi); in tali condizioni il combustibile si trova in uno stato gassoso completamente ionizzato denominato plasma.

Perché la fusione termonucleare possa essere sfruttata come fonte di energia deve poter essere conseguita in un reattore che realizzi un bilancio energetico positivo, quindi in grado di fornire una quantità di energia maggiore di quella richiesta per riscaldare e mantenere il combustibile alla temperatura di fusione Ti, deve prevedere un tempo sufficiente perché il combustibile 'bruci' prima che nel reattore i nuclei possano diffondere verso la parete raffreddandosi. Diventa così necessario operare al fine di avere il tempo d'isolamento termico del plasma  $\tau_e$ , detto anche tempo di confinamento, sufficientemente lungo perché un numero elevato di nuclei possa produrre reazioni di fusione. Inoltre è evidente che il numero di reazioni di fusione risulta proporzionale anche al numero dei nuclei di combustibile per unità di volume  $n_i$ , cioè alla densità del plasma.

Sono stati così individuati tre parametri fondamentali per il funzionamento del reattore a fusione, che danno luogo alla cosiddetta *condizione di ignizione*, esprimibile per mezzo della seguente disuguaglianza anche detta *Criterio di Lawson*:

$$n_i \cdot \tau_e \cdot T_i \ge 5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-3} \text{ s keV}$$
 (1)

Nella (1) il membro di sinistra viene definito come prodotto triplo.

#### 1.2 Metodi di confinamento

La condizione (1) può essere ottenuta seguendo due diverse linee d'approccio, alle quali corrispondono due schemi concettuali alternativi di confinamento: il confinamento *inerziale* e il confinamento *magnetico*.

#### **1.2.1 CONFINAMENTO INERZIALE**

Il confinamento inerziale è prodotto mediante micro esplosioni ed è caratterizzato da un tempo di confinamento estremamente breve  $\tau_e \leq 10^{-10}$ s e da una densità di particelle

estremamente elevata ( $n_i \ge 10^{31} m^{-3}$ ).

Questo meccanismo è attuato da fasci di raggi laser o fasci di particelle accelerate ad alta energia focalizzati su una microsfera di alcuni millimetri di (fig.1.0) contenente come combustibile una miscela di deuterio o deuterio e trizio. L'energia elettromagnetica (qualche MJ per una durata di 10÷30 ns) dei fasci laser di alta potenza, o l' energia cinetica delle particelle accelerate, è trasferita uniformemente sullo strato superficiale della sferetta provocando, per ablazione dello stesso, l'implosione del combustibile ne innalza la temperatura e la densità fino a raggiungere le condizioni di ignizione.

L'inerzia dei nuclei D e T mantiene unito il combustibile per il tempo necessario allo sviluppo di un numero di reazioni di fusione sufficiente ad avere un bilancio energetico globale positivo. Terminata la spinta di compressione inerziale il numero di reazioni di fusione si riduce drasticamente fino all'annullamento mano mano che la miscela combustibile D-T si espande e si diluisce.



Fig. 1.1 Fusione inerziale: schema di principio, con sezione della capsula-bersaglio contenente Deuterio e Trizio

#### **1.2.2 CONFINAMENTO MAGNETICO**

Il confinamento magnetico è realizzato attraverso campi magnetici che agiscono su particelle cariche in movimento attraverso una forza  $F_i(P,t)$  detta di forza di Lorentz. Infatti quando ad un gas si fornisce un'energia sufficiente, le molecole si trasformano in atomi (dissociazione) e gli atomi in ioni (ionizzazione). La Legge di Lorentz:

#### $F = q \bullet v \bullet B \bullet sen \alpha$

q = carica dello ione o dell'elettrone	B = campo di induzione magnetica
$\alpha$ = angolo tra le direzioni di v e B	v = velocità dello ione o dell'elettrone

mostra che una particella carica, cioè nel nostro caso uno ione o un elettrone, in presenza di campo magnetico è sottoposta ad una forza proporzionale alla sua carica, alla sua velocità (che a sua volta è legata alla sua energia termica) e all'intensità di campo magnetico. La forza di Lorentz ha direzione sempre perpendicolare sia alla direzione della velocità della particella che alla direzione del campo magnetico B; essa non modifica la velocità iniziale, ma impone alla particella carica un movimento elicoidale attorno alla linea di forza del campo magnetico.

L'equilibrio fra forza di Lorentz e forza centrifuga, agenti sulla singola particella, determina una traiettoria elicoidale di raggio r tale che:

$$F = q \cdot v \cdot B \cdot sen \alpha = (m v^2)/r$$

v = velocità della particella m = massa della particella r = raggio di rotazione della particella

Le particelle perciò si muovono, secondo la risultante della componente della velocità iniziale parallela a B e della velocità imposta dalla legge di Lorentz, lungo traiettorie elicoidali attorno alle linee di forza del campo magnetico.

Per riuscire a modificare la traiettoria fino ad intrappolare le particelle cariche, risulta



Fig. 1.2 Effetti della assenza e della presenza di un Campo Magnetico in un gas ionizzato

necessario che esse attraversino o siano immerse in un campo di induzione magnetica. Questo principio è alla base delle cosiddette macchine a confinamento magnetico di plasmi negli esperimenti sulla fusione termonucleare controllata.

#### **1.3** Macchine toroidali a confinamento magnetico

Per attuare la reazione di fusione nucleare vennero adottate dapprima le cosiddette macchine lineari.

Le macchine lineari furono le prime ad essere realizzate, e le relative bobine erano tali da indurre campi magnetici assiali uniformi, più intensi alle estremità per limitare le perdite di particelle e creare un effetto di specchio magnetico. Il confinamento che si ottiene non è molto efficace perché una quota parte delle particelle sfugge dalle estremità della macchina non riuscendo ad invertire la componente parallela della velocità. Tale tipo di macchina è stata abbandonata a causa di questo inconveniente.

Un successo decisamente maggiore ha avuto l'idea di costruire contenitori toroidali, e di creare il campo magnetico mediante solenoidi anch'essi toroidali; dentro tali strutture anulari, le particelle dovrebbero potersi muovere senza incontrare mai le pareti.



Fig. 1.3 Confinamento di un gas ionizzato in un contenitore toroidale

In base alle diverse possibili configurazioni dei campi magnetici, tali macchine si suddividono in:

- <u>Stellarator</u>
- <u>**Reversed Field Pinch**</u> (RFP, a campo rovesciato)
- <u>Tokamak</u>

Nelle prime, i campi magnetici sono prodotti da correnti che fluiscono all'esterno del plasma, in bobine situate attorno alla camera di contenimento.

La caratteristica peculiare di una configurazione Tokamak è di avere un intenso campo magnetico con componente principale in direzione toroidale, ottenuto mediante bobine di campo toroidale, poste esternamente alla camera di scarica. La componente poloidale, necessaria per ottenere la forma elicoidale delle linee di campo, indispensabile per confinare le particelle del gas ionizzato, viene invece generata direttamente dalla corrente di plasma. La difficoltà di produrre un campo toroidale di valore molto intenso (il campo poloidale  $B_{\theta}$  deve essere molto meno intenso di quello toroidale  $B_{tor}$ ) pone un limite sulla massima corrente di plasma. Tale effetto limita il riscaldamento dovuto alla corrente di plasma stessa (riscaldamento ohmico) ed è necessario utilizzare riscaldamenti addizionali per raggiungere la condizione di ignizione.

La caratteristica peculiare degli RFP è quella di invertire la componente toroidale del campo magnetico nella zona esterna del plasma, questo effetto è conseguenza della condizione di minima energia a cui la configurazione si porta spontaneamente.

Il vantaggio tecnologico dell'RFP rispetto al Tokamak è che, a parità di corrente di plasma, i campi magnetici sono relativamente bassi; a differenza dei Tokamak, non serve che  $B_{tor}$  sia molto maggiore di  $B_{\theta}$ ; perciò c'è la possibilità di lavorare ad alte correnti, questo permette di non utilizzare riscaldamenti addizionali, e inoltre il campo alla parete è essenzialmente poloidale e di intensità non necessariamente elevata.

Abbiamo già detto che le macchine con configurazione tipo RFP hanno struttura assai simile a quella dei Tokamak. Però il fatto che nell'RFP i campi toroidale e poloidale siano pressoché uguali in valore assoluto comporta alcune conseguenze.

I risultati ottenuti dalle macchine RFP, in termini di confinamento, sono inferiori a quelli ottenuti nelle macchine di tipo Tokamak; si deve peraltro tener conto del fatto che nel Tokamak un grande dispendio di energia magnetica va a mantenere un campo toroidale  $B_{tor}$  molto grande.

Ciò suggerisce la possibilità di progettare un reattore meno complesso, di dimensioni inferiori e meno costoso dei reattori già progettati secondo la linea Tokamak

# Capitolo 2

### LA MACCHINA RFX-mod e LA PRIMA PARETE (FIRST WALL)

La macchina RFX è un sistema tecnologicamente molto complesso, qui si intende fare una descrizione delle sue componenti principali con particolare attenzione alla camera da vuoto e alla prima parete.

#### 2.1 La macchina RFX

La macchina <u>**RFX**</u> è costruita per gli esperimenti di confinamento magnetico di plasmi a idrogeno con la configurazione magnetica a RFP, è costituita da una struttura di supporto (fig.2.1) costruita in ghisa austenitica, non ferromagnetica, che sostiene la macchina ad un'altezza di 4 metri.



Fig.2.1 Schema complessivo di RFX

I principali componenti che si trovano nella macchina toroidale sono:

- la camera da vuoto, che ha struttura di forma toroidale, in cui viene immesso il gas di processo. Essa è rivestita internamente con tegole in grafite così da proteggere la parete del contenitore potendo resistere ad elevati carichi termici.
- una scocca stabilizzatrice, toroidale e realizzata in rame la quale ha la funzione di stabilizzare passivamente il plasma mediante correnti indotte.

- l'avvolgimento toroidale: all'esterno della struttura di supporto sono disposte le bobine in cui circolano correnti poloidali che generano il campo toroidale B<sub>tor</sub>.
- l'avvolgimento magnetizzante, nel quale viene immagazzinata l'energia magnetica necessaria a produrre la variazione di flusso richiesta per indurre nella camera un campo elettrico toroidale tale da originare l'innesco della corrente di plasma.
- l'avvolgimento di equilibrio o avvolgimento di controllo di campo, costituito da bobine le cui correnti servono a produrre componenti di campo atte a mantenere una posizione e una forma prestabilita alla colonna di plasma.



Fig.2.2 Esploso della nuova struttura "a sandwich" di RFX

Le grandezze nominali di RFX sono elencate in tabella 2.1, tra parentesi son scritti i valori massimi raggiunti negli esperimenti.

Raggio maggiore $R_0$	2.0m
Raggio minore <i>a</i>	0.46m
Massima corrente di plasma I	2.0MA
Massinia contente ul plasilia $I_p$	(1.2MA)
Durata massima dell'impulso	250ms
Durata massima den mipuiso	(150ms)
Massima induziona magnatica P	0.62T
Massinia induzione magnetica $B_{\varphi}$	(0.35T)
Potenza totale installata	400MW

Tab 2.1 principali parametri nominali di RFX

#### 2.2 La camera da vuoto



Fig 2.3 La camera da vuoto

La camera da vuoto di RFX (fig 2.3) è stata progettata in questo modo perché deve rispondere a molte esigenze:

- sostenere le condizioni di UHV (ultra alto vuoto) attraverso un sistema di pompaggio;
- opporre resistenza alla pressione atmosferica e al carico elettrodinamico dovuto a repentine variazioni di corrente;
- supportare la prima parete in grafite;

- essere riscaldato fino a 200°C e avere uno spessore massimo di 30 mm;
- mantenere le perturbazioni dei campi elettrico e magnetico, dovute a correnti turbolente, all'interno di certi determinati limiti: la scelta di un materiale non magnetico è vincolante.

Per la produzione di tutti i componenti della camera è stata scelta la lega Nichel-Cromo: Inconel 625 a causa dell'alta resistività elettrica e le buone proprietà meccaniche:alta qualità della superficie,eccellente controllo degli spessori,resistenza alle alte temperature. La struttura è composta di 72 elementi (spicchi toroidali di 5°) a sezione circolare,ognuno dei quali ha una forma a sandwich: lo strato interno è spesso 2 mm, lo strato esterno è spesso 1 mm e questi sono saldati assieme da una lamiera corrugata di 0.5 mm e da due anelli di irrigidimento.

Nell'anello sono presenti i 28 fori equidistanti in direzione poloidale per il supporto delle mattonelle della prima parete. Inoltre l'anello assolve al compito di dare maggiore rigidezza al sistema, mentre quello di minore spessore serve per il collegamento della struttura. Per ottenere un settore di 30° vengono saldati assieme sei elementi, mediante doppia saldatura con tenuta a vuoto.

L'intercapedine tra le due pareti (Fig. 2.4 "corrugated sheet"), grazie alla forma corrugata della lamiera è utilizzato per due scopi differenti.



Fig. 2.4 Elemento a forma circolare

Serve sia per scopi refrigeranti, l'intera struttura è utilizzata come se fosse uno scambiatore a piastre se riempito con fluido refrigerante, sia per creare una zona secondaria di vuoto: si potrebbe pompare l'intercapedine e far diventare la parete esterna l'interfaccia aria - vuoto.

Nel piano orizzontale a una distanza reciproca di 30°, sono posizionate 12 porte che possono essere impiegate o per il pompaggio, o per accedere all'intercapedine, o per l'allacciamento delle diagnostiche del plasma.

Altre porte sono riservate per l'iniezione del gas di processo  $(H_2)$ , per l'inserimento degli anodi del Glow Discharge Cleaning (GDC) e per l'ispezione della parte interna della camera.

Oltre che per l'evacuazione della camera, le 12 porte di pompaggio ( diametro  $\phi = 150$  mm) vengono usate per inserire il Remote Handling System (RHS) per le operazioni di manutenzione della prima parete.

### 2.3 Le porte e gli elementi di pompaggio

Le porte di pompaggio (pumping port, figg. 2.5- 2.6) sono di primario interesse sia per quanto riguarda il sistema di pompaggio, sia per gli accessi remoti alla camera.

La loro dimensione più importante è senza dubbio il diametro interno,  $\phi = 149$  mm, che è la via d'accesso più grande alla camera.

Tramite questi accessi viene creato il vuoto all'interno della camera mediante l'azione di pompe turbomolecolari e criogeniche. A titolo indicativo, il valore della velocità di pompaggio per l'N<sub>2</sub>, alla temperatura di 20 °C, in corrispondenza delle porte della camera è  $4.5 \text{ m}^3/\text{s}$ .

Per quanto riguarda il livello di vuoto, si è in corrispondenza dei  $10^{-7}$  Pa, mentre il sistema di iniezione dei gas (H<sub>2</sub> o He) deve realizzare immissioni di gas ad elevata portata (oltre 700 Pa m<sup>3</sup>/s) con tempi di risposta di qualche millisecondo (dovuti alla breve durata degli impulsi).



Figg. 2.5 – 2.6: elemento di camera con porta di pompaggio

#### 2.4 La prima parete della camera



Fig.2.7 Prima parete di RFX

La prima parete di RFX svolge l'essenziale funzione di proteggere la superficie interna della camera, che si affaccia al plasma, durante gli impulsi. Essa è composta di 2016 mattonelle in grafite, 72 in direzione toroidale, 28 in direzione poloidale, il loro massimo spessore è 18 mm in modo da massimizzare il volume di plasma disponibile.

La scelta di utilizzare grafite policristallina ( produttore Carbone Lorraine, tipologia 5680PT) è dovuta alla capacità di questo materiale di sostenere elevati flussi di energia che localmente possono arrivare anche nell'ordine di decine di MW/m<sup>2</sup>,ma principalmente è stata utilizzata perché materiale a basso Z (numero atomico).

Durante gli impulsi ad alta corrente di plasma 1.5 - 2 MA la superficie delle tegole può raggiungere la sublimazione della grafite a causa degli elevati flussi termici fino a 80 MW/m<sup>2</sup>.

Negli esperimenti di confinamento magnetico dei plasmi la prima parete gioca un ruolo fondamentale nel conseguimento di buone prestazioni del plasma, quindi il materiale da utilizzare deve sottostare a molteplici caratteristiche: evitare la contaminazione del plasma, ridurre il più possibile il riciclaggio di gas iniettato, permettere una facile rimozione di gas trattenuti.

Per ora nessun materiale testato è in grado di assolvere a tutte le esigenze scritte precedentemente; si è trovato un compromesso:

- Materiali a basso Z sono affidabili rispetto alla contaminazione del plasma

- Materiali ad alto Z non sono adatti a mantenere un valore Z<sub>eff</sub> basso del plasma (quindi creano un'elevata contaminazione)

In RFX si è deciso di optare per un rivestimento a basso Z e tra i materiali di questo tipo è stata scelta la grafite perché sostiene meglio gli shock termici.

Purtroppo essa ha come svantaggio strutturale l'elevata porosità, inoltre è un materiale facilmente erodibile ed è soggetta ad attacchi chimici e sublimazione per irraggiamento. La grafite ha una struttura lamellare, proprio a causa della struttura poco compatta e a strati è soggetta alla penetrazione tra gli strati stessi di molecole o ioni.

Ogni mattonella è fissata con un innesto a baionetta al rispettivo anello poloidale della camera da vuoto senza alcun sostegno metallico (Fig 2.8), così da minimizzare possibili turbolenze nella circolazione della corrente, la distanza tra due mattonelle contigue è di circa 3-4 mm.

Il sistema di bloccaggio è costituito da una guaina isolante in Inconel 625 saldata alla camera da vuoto e da una chiavetta in molibdeno. Una calotta di grafite è quindi saldata alla chiavetta per evitare contaminazioni dovute all'esposizione di metallo al plasma.



Fig. 2.8 Sistema di bloccaggio delle mattonelle n grafite alla camera da vuoto

La prima parete è raffreddata tramite conduzione attraverso l'area di contatto tra la chiavetta in molibdeno, il retro della mattonella e l'anello della camera da vuoto. Inoltre ha un ruolo importante l'irraggiamento tra le mattonelle; quest'ultimo fenomeno è predominante ad alte temperature: nel centro del plasma si raggiungono temperature di 11000000 °C ma le mattonelle a causa dell'irraggiamento si riscaldano al massimo fino a 3000 °C e sostanzialmente arrivano tutte più o meno alla stessa temperatura.

Il sistema è soggetto a una mediazione tra capacità conduttiva e sforzi meccanici.

Le mattonelle sono soggette alla forza di serramento (circa 150 N) e a forze elettrodinamiche. La forza di serramento produce stress di compressione che sono ben all'interno dei limiti di sicurezza per la grafite. Le forze elettrodinamiche sono state valutate nel peggiore caso e anche qui siamo all'interno degli intervalli di sicurezza.

# Capitolo 3

### PLASMA WALL INTERACTION (PWI): IMPORTANZA E PROBLEMATICHE

Lo studio *dell'interazione plasma – parete* (PWI) è un argomento fondamentale che va analizzato dal punto di vista chimico e chimico-fisico. Per comprendere le problematiche di questo fenomeno vengono introdotti alcuni concetti indispensabili della fisica del plasma facendo riferimento alle problematiche che si sviluppano in un sistema che lavora in condizioni di ultra alto vuoto.

# **3.1** Densità del plasma: parametro fondamentale per lo studio del confinamento magnetico

Nel plasma le molecole sono dissociate in atomi e gli atomi sono in massima parte ionizzati, ovvero i nuclei sono separati dagli elettroni.

Il plasma diventa quindi una miscela quasi neutra di ioni, di elettroni e di atomi neutri che esibisce un comportamento collettivo.

La definizione utilizzata per miscela quasi neutra è giustificata dalla caratteristica del plasma per cui:

 $n_e \approx Z \cdot n_i$ 

 $n_e$  = densità elettronica  $n_i$  = densità ionica Z= numero atomico

Le particelle cariche che compongono il plasma si muovono liberamente e possono generare locali accumuli di cariche positive o negative, i quali generano campi elettrici. I movimenti di particelle cariche inoltre danno origine a correnti e di conseguenza a campi magnetici.

In un gas di atomi o molecole neutri, dotati di un'energia cinetica proporzionale alla temperatura, agiscono le intense forze a corto raggio d'azione che si manifestano nelle collisioni binarie e la forza di gravità, quest'ultima con effetti quasi sempre trascurabili.

Per le particelle elettricamente cariche di un plasma invece le forze dominanti sono quelle Coulombiane a lungo raggio d'azione, generate da migliaia di cariche vicine. Perciò la traiettoria di uno ione o un elettrone subisce continue piccole deflessioni e rarissime deflessioni a grande angolo.

In un plasma la "risposta" alle forze elettromagnetiche effettive agenti ha caratteristiche "collettive" di moto di gruppo con oscillazioni, schermaggio dei campi elettrostatici e propagazione di onde. Poiché il plasma è un sistema di particelle cariche in movimento, è possibile quindi utilizzare campi magnetici per il suo confinamento in un volume finito.

Nel sistema di RFX-mod il confinamento magnetico è ottenibile solo per un brevissimo intervallo di tempo dell'ordine dei millisecondi (3 - 5 ms), relativamente molto basso rispetto al tempo di durata della scarica che può anche arrivare a 500 ms.

Si deve cercare di aumentare e migliorare sempre più il tempo di confinamento in modo da riuscire a raggiungere prestazioni di plasma migliori tali per cui si possa sfruttare l'energia prodotta dai processi di fusione nucleare.

Un parametro fondamentale che analizza il comportamento del plasma e che ne caratterizza le prestazioni è la densità del plasma:  $n_i$ . Essa compare all'interno del *Criterio di Lawson* ed è un parametro indispensabile per poter raggiungere le condizioni di ignizione del plasma.

Durante le campagne sperimentali si vorrebbe controllare la densità del plasma poiché essa incide sul comportamento del plasma e sulle performance ottenibili, purtroppo questo parametro è condizionato da moltissimi fattori che verranno descritti in seguito.

Ad ogni scarica si vorrebbe ottenere un plasma di caratteristiche note per poter effettuare al meglio le campagne sperimentali. Per regolare la densità iniziale del plasma si utilizza la procedura di *gas filling*, ossia il riempimento della camera da vuoto con una quantità di gas prestabilito e dosato da otto valvole piezoelettriche disposte in quattro posizioni toroidali. Durante la scarica, nel periodo in cui il gas si sta ionizzando o il plasma non è confinato, le particelle di gas o gli ioni sono liberi di muoversi, raggrumarsi, disperdersi o entrare in contatto con la parete: questo provoca l'assoluta incapacità nel controllo della densità. Infatti, dopo i primi millisecondi, gran parte del gas immesso nella procedura di *filling* è disperso in parete, per ristabilire la pressione parziale di idrogeno in camera quindi si attua la procedura di *gas puffing* ovvero l'iniezione del gas in contemporanea alla scarica.

Entrambe queste procedure non consentono però un controllo efficace della densità del plasma.

Per controllare  $n_i$  in ogni scarica si deve:

- mantenere un alto livello di vuoto in camera per limitare le impurezze che hanno un effetto negativo sulle prestazioni del plasma.

- tenere sotto controllo il flusso delle particelle alla parete e dalla parete (PWI).

- controllare il livello di saturazione della parete (CONDIZIONAMENTO DELLA PRIMA PARETE).

#### **3.2 PWI: interazione plasma parete**

Nonostante le migliorie introdotte dal sistema RFX-mod, il confinamento magnetico del plasma non è ottimale e per questo la materia e il calore diffondono asimmetricamente dal centro del plasma alle pareti.

Per visualizzare e analizzare l'interazione del plasma con la parete sono stati utilizzati tre metodi differenti: ricostruzione della deformazione della superficie del plasma basata su dati di campo magnetico, stima della deposizione di energia alla parete mediante un sistema di termocoppie posizionato nella parete esterna della camera da vuoto, ripresa di immagini ottenute con una CCD camera.

L'interazione del plasma d'idrogeno non perfettamente confinato con le mattonelle in grafite è denominato *Plasma Wall Interaction* (Fig. 3.1). Questo fenomeno avviene in un tempo brevissimo e provoca la erosione di particelle nelle zone colpite dal plasma e simultaneamente la rideposizione del materiale eroso nelle regioni limitrofe.

L'erosione è indotta da ioni leggeri ed è distinta in tre fenomeni:

- sputtering fisico

- sputtering chimico / erosione

- sublimazione per irraggiamento

Lo sputtering fisico implica il diretto trasferimento della quantità di moto da una particella incidente a una particella del substrato in cui è avvenuto l'impatto. Qualsiasi specie incidente è capace di rimuovere atomi da qualsiasi superficie se la quantità d'energia messa in gioco durante la collisione è sufficiente a superare l'energia di legame del materiale che costituisce la superficie.

Nel nostro sistema lo sputtering fisico è prodotta dal bombardamento di molecole di idrogeno o di suoi composti e da sputtering di ioni che prima erosi poi collidono violentemente con la parete durante la rideposizione.

L'erosione chimica coinvolge reazioni chimiche tra particelle incidenti alla parete e atomi del substrato che reagendo formano composti volatili. L'esempio più eclatante di questo fenomeno è la formazione di CH<sub>4</sub> dovuto al bombardamento di idrogeno e CO e CO<sub>2</sub> a causa dell'impatto di molecole di ossigeno.

La sublimazione per irraggiamento è un meccanismo di erosione peculiare di superfici in carbonio. È simile allo sputtering fisico ma è necessario che le particelle incidenti abbiano energia sufficiente per dislocare gli atomi di carbonio dalla loro posizione all'interno del reticolo. Una volta negli spazi interstiziali, gli atomi di carbonio diffondono verso la superficie dove sono legati debolmente e sublimano con una energia d'attivazione significativamente più bassa di quella richiesta per la sublimazione termica.



Fig. 3.1 Interazione plasma parete

La prima parete è quindi soggetta ad elevati flussi d'energia e al forte bombardamento di flussi di particelle come idrogeno e impurezze che viaggiano parallelamente al campo magnetico.

La continua erosione e rideposizione delle particelle nella camera provoca una notevole variazione della pressione parziale di idrogeno e di impurezze nelle diverse zone della parete. Questo fenomeno consente alla varie zone di comportarsi da sorgente o da accettore di questi elementi provocando uno scompenso nei flussi di materia da centro camera a parete e viceversa, modificando quindi il comportamento del plasma.

Con la camera a temperatura ambiente, o comunque fino a temperature dell'ordine di 500-800°C, il desorbimento di idrogeno dalla grafite è molto basso, per cui nell'intervallo di tempo tra scariche in idrogeno, il gas intrappolato nelle mattonelle non si riesce a pompare via. Dopo poche scariche la superficie delle mattonelle esposte al plasma è satura in idrogeno, per cui la prima parete diventa la sorgente primaria di questo gas e modifica il funzionamento degli esperimenti di scarica perché impedisce di lavorare con una densità di plasma prestabilita.

Si può analizzare globalmente il fenomeno di PWI mediante un bilancio di materia macroscopico (3), prendendo come volume di riferimento l'intera camera:

$$d(N_{H}^{0}) / dt + d(N_{H}^{p}) / dt = P_{fuel} - P_{pump} - P_{wall} \qquad [atomi/sec] (3)$$

dove:

 $N_{H}^{0}$ : numero di atomi neutri di idrogeno in camera

N<sup>p</sup><sub>H</sub> : numero di ioni idrogeno nel plasma

P fuel : portata di combustibile immesso (idrogeno)

P <sub>pump</sub> : portata di gas pompato via

P wall: portata di idrogeno assorbita dalla parete

Schematicamente si hanno due flussi in controcorrente di idrogeno che creano problematiche differenti al sistema:

- flusso dal plasma alla parete: interviene sulle performances del plasma perché a ogni scarica di corrente successiva il plasma avrà densità minore (parte del gas è intrappolato nelle mattonelle in grafite per cui la densità di idrogeno gas in camera diminuisce)

- flusso dalla parete al plasma: è il problema più critico perché questo fenomeno è incontrollabile e imprevedibile.

Per ottimizzare il controllo sulla densità del plasma si ricorre a dei sistemi ausiliari di condizionamento della parete che verranno approfonditi successivamente: questi riescono a mantenere sotto controllo la quantità di idrogeno in parete solo per alcune scariche migliorando la situazione ma non consentendo una completa e stazionaria riduzione del flusso di idrogeno. A correnti di plasma molto elevate il loro effetto dura solo per poche scariche caratterizzate da un basso flusso di idrogeno, un equilibrio a bassa densità e un fattore di riciclaggio uguale a uno.

Purtroppo con l'avanzare del tempo la parete satura risponde in modo incontrollato producendo flussi molto alti e localizzati di idrogeno che provocano un aumento di densità locale del plasma e conseguentemente il suo collasso.

Le procedure di condizionamento (pulitura e di copertura) parete servono principalmente ad allungare il tempo di saturazione della parete e a eliminare possibili sorgenti di impurezze.

# Capitolo 4

#### CONDIZIONAMENTO DELLA PRIMA PARETE di RFX-mod (PULITURA E COPERTURA)

Il condizionamento della prima parete è necessario per svariati motivi e viene effettuato con tutti i metodi successivamente descritti.

I motivi fondamentali per cui si attuano le diverse procedure di trattamento (condizionamento) della prima parete sono: il controllo e la riduzione del livello di impurezze, posticipare la saturazione in idrogeno della parete, ripulire il sistema dalle interazioni col plasma subite nelle campagne sperimentali precedenti, controllare il fattore di riciclaggio della parete.

Per i sistemi di copertura sono utilizzati materiali a basso Z (litio e boro) per limitare durante le scariche l'aumento della  $Z_{eff}$  del plasma.

#### 4.1 Il trattamento termico (*baking*)

Il trattamento di baking consiste nel scaldare la camera da vuoto e la prima parete in grafite fino alla temperatura di 170°C medi, cioè 200°C massimi (limite di sicurezza per non danneggiare le diagnostiche e alcuni componenti), e mantenere il sistema in queste condizioni stazionarie per anche 96 ore.

Il riscaldamento della camera da vuoto avviene per effetto Joule; attorno alla camera sono posizionate le bobine magnetizzanti che sono percorse da correnti alternate. La variazione di corrente genera un campo elettromagnetico che induce delle correnti (dette appunto correnti indotte) nella camera da vuoto.

La resistività del materiale che si oppone al flusso di queste correnti è la causa del calore che viene generato per effetto Joule che è direttamente proporzionale alla resistenza del conduttore e al quadrato dell'intensità di corrente che lo attraversa.

L'utilizzo fondamentale del baking avviene dopo la ventilazione della camera da vuoto, ovvero quando si conclude una campagna sperimentale e si procede con lo shutdown della macchina per operazioni di manutenzione degli impianti. A causa della ventilazione all'atmosfera il sistema precedentemente in vuoto viene contaminato dalle sostanze presenti nell'aria, anche se la camera viene mantenuta in leggera sovrapressione di azoto durante tutto il periodo di apertura.

Particolarmente indesiderato è il vapore d'acqua che, posto in contatto con la prima parete della camera, viene assorbito dalla grafite che è un materiale molto poroso e igroscopico.

Se tra un esperimento e un altro non si attuasse la procedura di baking, la parete in presenza di una scarica di plasma rilascerebbe le molecole intrappolate nel reticolo (soprattutto ossigeno e idrogeno provenienti dal vapore acqueo), queste provocherebbero

un forte aumento della  $Z_{eff}$  e la presenza nel plasma di impurezze come l'ossigeno o altri elementi dell'aria entrati in contatto con la parete.

Per evitare tutto ciò dopo ogni ventilazione si procede al processo di baking che permette di degassare la parete (stesso principio visto per il degassamento degli strumenti in forno), seguito da un ciclo di H<sub>2</sub>-GDC e He -GDC per preparare la camera, costantemente in pompaggio, a raggiungere regimi di UHV (Ultra High Vacuum, in cui la pressione arriva a valori di minori di  $1 \cdot 10^{-8}$  mbar).

Il baking è molto efficace nel rimuovere le particelle di acqua e le molecole pesanti, pompato via il vapore si procede a tirare via gli altri inquinanti con la GDC.

Un altro utilizzo del sistema di baking è durante gli esperimenti di scarica in cui si vuole interfacciare il plasma ad una parete calda (per RFX la temperatura della camera calda era 350°C). Attualmente, in RFX-mod, non si eseguono impulsi a camera calda per l'impossibilità di raggiungere temperature superiori a 200°C a causa di nuovi componenti e diagnostiche installate sulla camera da vuoto.

#### 4.2 I trattamenti a scarica diffusa: H<sub>2</sub> – GDC e He – GDC

Il trattamento di GDC (Glow Discharge Cleaning) è utilizzato per la pulizia della prima parete della camera e per mantenere sotto controllo la concentrazione di idrogeno nella grafite; esso consiste in una scarica elettrica diffusa in cui avviene un processo di sputtering con molecole ionizzate degli atomi di idrogeno e di altre impurità trattenuti nella grafite.

Il sistema è stato progettato per poter lavorare con un numero di antenne (anodi) variabile da uno a quattro: ora è predisposto con due anodi posizionati rispettivamente a  $180^{\circ}$  e inseriti dal basso nel centro della camera (Fig. 4.1). Le prestazioni desiderate da questo sistema sono una densità massima di corrente di  $0.25 \text{ A/m}^2$  e il permesso di operare con una temperatura alla parete di  $200^{\circ}$ C con una pressione massima in camera di 0.8-1 Pa.

Grazie ai parametri geometrici di RFX (volume e superficie interna della camera da vuoto, e conduttanza delle porte di pompaggio) e la pressione massima supportata dal sistema di pompaggio a UHV si è calcolato il massimo potenziale di scarica per l'impianto di GDC: 1000 V con una corrente continua fino a 1.2 A per anodo.



Fig. 4.1 Il posizionamento di un anodo della GDC

La testa di ogni antenna (Fig. 4.2) è composta da dieci giri di spirale di 80 mm di diametro, essa è collegata a due tubi che fungono da aste di supporto, in materiale Inconel 625, in cui fluisce aria compressa per il raffreddamento.

I tubi di supporto sono riempiti da isolatori ceramici per essere isolati dai fili elettrici in cui passa corrente.



Fig. 4.2 La testa dell'anodo

Per iniziare la procedura di GDC viene iniettato in camera una certa quanità di gas desiderato (es. per l'elio immetto  $P_{par}=10^{-3}$ mbar) che in presenza dell'anodo elettrizzato si ionizza parzialmente. Si produce così un plasma di gas ionizzato che emette la sua caratteristica radiazione elettromagnetica, per esempio l'elio ionizzato emette una radiazione di colore blu (Fig.4.3).



Fig. 4.3 He-GDC:anodo e plasma di elio fotografati dalla porta equatoriale

Grazie alla differenza di potenziale che si instaura tra anodo e catodo dovuta all'alimentatore di corrente, gli elettroni sono attratti dall'anodo, gli ioni positivi del gas iniettato sono attratti dal catodo, ossia dalla parete della camera. Questo flusso di particelle produce la circolazione di corrente nel sistema: alimentatore – anodo – catodo. Il flusso di ioni positivi che urtano le mattonelle in grafite della parete provocano sputtering fisico e chimico. Il risultato che si vuole ottenere è la fuoruscita delle particelle estranee al reticolo della grafite che verranno eliminate completamente grazie al sistema di pompaggio.

Le operazioni di GDC vengono effettuate alla temperatura raggiunta dal processo di baking che rimane costante a 170°C poiché l'eccitazione termica dovuta all'interazione degli ioni sulla grafite non provoca alcun effetto rilevante.

La differenza tra l'uso di elio o idrogeno sta nel fatto che l'idrogeno è molto più reattivo: reagisce con gli ossidi formati nella parete creando acqua che viene facilmente pompata via, rilascia in camera azoto e produce monossido di carbonio, anidride carbonica e metano che vengono pompati dal sistema da vuoto. Purtroppo come inconveniente ha l'aumento della pressione parziale di idrogeno in parete. Questo è un effetto particolarmente indesiderato perché la procedura di condizionamento ha come scopo finale il controllo del fattore di riciclaggio e il rallentamento della saturazione della parete.

Per questo dopo il ciclo di 30-40 ore di GDC in idrogeno segue un ciclo di 6-10 ore di GDC in elio.

L'elio è più stabile e nello sputtering alla parete non si lega con nessun elemento ma riesce a estrarre l'idrogeno precedentemente piantato e assicurare così un ottimo livello di pulizia della prima parete.

Per eliminare un possibile residuo di elio in camera si prosegue il ciclo: baking +  $H_2$ -GDC + He-GDC con una baking di 15 ore a temperatura media di 170°C (Fig.4.4).



Fig.4.4 Schema riassuntivo del trattamento Baking+GDC standard

L'elio si libera dal reticolo grazie al semplice riscaldamento perché essendo un gas nobile non si lega, viene pompato via assieme alle ultime impurezze grazie al sistema da vuoto. [Per il calcolo delle quantità pompate si esegue l'integrale del prodotto della pressione per la velocità di pompaggio.]

#### 4.3 La boronizzazione

La boronizzazione è un sistema di copertura della prima parete di RFX che si attua attraverso una GDC con immissione di una miscela di elio e diborano in quantità: He (90%) e B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>(10%).

Questa procedura ha lo scopo di ridurre: la contaminazione di ossigeno nel plasma, la formazione di impurezze come anidride carbonica e metano, il fattore di riciclaggio.

Il diborano viene inserito nella camera per mezzo di 4 valvole collocate in altrettante diverse posizioni equidistanti della camera da vuoto; due di queste posizioni di iniezione gas sono in corrispondenza dei due elettrodi utilizzati per la GDC (Fig. 4.2).

Il sistema di pompaggio include 12 turbopompe disposte simmetricamente nel piano equatoriale del toro così da accrescere la capacità di pompaggio. Il gas esausto pompato via viene continuamente monitorato con un analizzatore di gas residui (spettrometro di

massa a quadrupolo - RGA) che musura le pressioni parziali gli elementi presenti nel gas estratto (da u.m.a. 1 a u.m.a.100).



Fig. 4.5 Pianta schematica della camera da vuoto di RFX con il sistema di pompaggio evidenziato

Il processo completo che va sotto il nome di boronizzazione si attua in tre stadi: viene effettuata la  $B_2H_6$ -GDC in cui c'è la deposizione di boro sulle mattonelle, segue quindi una He-GDC che serve a pompare via l'idrogeno impiantato in parete nella fase precedente, l'ultima fase è quella di baking lunga circa 20 ore in cui si pompa via l'elio e l'idrogeno residuo (Fig.4.6).



Fig. 4.6 Schema riassuntivo del trattamento di boronizzazione

Durante la GDC, grazie alle alte temperature raggiunte la molecola di diborano si spacca e viene impiantato in parete solo boro metallico e idrogeno grazie alla reazione (scritta per temperatura di 298 K):

$B_2H_6(g) \to 2 B(s) + 3 H_2(g)$	$\Delta H^{\circ}_{f}$ = - 1152 KJ/mol
	$\Delta H^{\circ}_{r} = 1152 \text{ KJ/mol}$

Il boro, unico elemento non metallico del terzo gruppo, è un solido cristallino estremamente duro, con conducibilità elettrica molto bassa che aumenta con l'aumento della temperatura (semiconduttore).

Il boro ( $T_{fus}=2300^{\circ}C$  e  $T_{eb}=2550^{\circ}C$ ) reagisce per riscaldamento con l'ossigeno per formare l'ossido di boro  $B_2O_3$  che ha caratteristiche molto simili all'ossido di silicio per la facilità con cui scioglie gli ossidi metallici formando vetri difficilmente cristallizzabili. Grazie all'affinità che caratterizza il boro con l'ossigeno, esso è usato in RFX proprio per limitare le impurità di ossigeno nel plasma e per limitare lo sputtering dell'ossigeno che interagendo con una parete di carbonio pulita ne provocherebbe il consumo per formazione di anidride carbonica.

L'altro fondamentale utilizzo della boronizzazione è la riduzione del riciclaggio di idrogeno. Il flusso incontrollato dalla parete al plasma provoca molti problemi durante le scariche per cui si vuole aumentare la capacità di assorbimento della parete in modo da posticipare il rilascio incontrollato di flussi di idrogeno.

Per fare ciò si vuole creare un film di boro metallico uniforme e di spessore desiderato su tutta la prima parete che si attua con la  $B_2H_6$ -GDC, per verificare l'effettivo strato di deposizione si è predisposto l'utilizzo di 3 manipolatori porta provini da inserire in camera durante la boronizzazione e gli esperimenti.

L'analisi dei provini e la correlazione tra la loro struttura e il comportamento della GDC saranno esposti nel capitolo seguente.

#### 4.4 La litizzazione

La litizzazione è il secondo sistema di copertura della prima parete e ha lo scopo di generare effetti simili e migliori di quelli prodotti dalla boronizzazione.

Ci sono due tecniche sperimentate su RFX: l'iniezione di pellets solidi di litio e l'uso del LLL (Liquid Lithium Limiter). Il primo è stato usato per il condizionamento di parete prima di performance di scarica ad intensità elevata mentre il secondo procedimento è stato testato su scariche di plasma a media intensità.

Il LLL è utilizzato come un evaporatore: ovvero su una struttura predisposta viene fatto fondere il litio metallico ed esso è esposto al plasma. Esso, avvicinandosi alla sorgente di litio, riesce a trasportarne e a depositarne una quantità desiderata sulla parete.

Per l'iniezione di pellets utilizziamo un iniettore (detto RTPI) capace di lanciare in camera pellets di litio a dimensione variabile (forma a cilindro di diametro circa 1.8mm per 5 mm di lughezza) con una velocità massiima di 200 m/s .

Questi proiettili di litio sono iniettati in camera solitamente a velocità intorno ai 100 m/s e attraversano un plasma di condizioni desiderate in modo da permettere una ablazione completa del pellet. In queste condizioni i pellets ablano prima di riuscire a spingersi fino al centro del plasma, la penetrazione totale permetterebbe una distribuzione uniforme del litio sulla parete.

Il litio ( $T_{fus}=186^{\circ}C \ e \ T_{eb}=1336^{\circ}C$ ) è un metallo alcalino, avendo un unico elettrone esterno ad un nocciolo di gas nobile e grazie alla sua bassa energia di prima ionizzazione, perde con facilità l'elettrone esterno formando il catione Li<sup>+</sup>.

A temperatura e pressione ambiente è un solido bianco argenteo, la cui superficie diviene rapidamente opaca quando viene esposto all'aria, a causa della reazione del metallo con l'umidità dell'aria e/o con l'ossigeno.

Il litio ha il potenziale standard più negativo nella scala elettrochimica, quindi è il riducente più forte; in particolare è estremamente reattivo con l'idrogeno: reagisce a 600-700°C formando LiH che è a sua volta attaccato dall'ossigeno a temperature del calore rosso.

È il più reattivo verso il carbonio rispetto agli altri metalli alcalini, per riscaldamento esso forma  $Li_2C_2$ , questo è un composto interstiziale in cui l'atomo metallico è situato tra i piani degli atomi di carbonio nella struttura lamellare della grafite.

Il problema principale nell'utilizzo del litio è la formazione indesiderata del carbonato di litio  $Li_2CO_3$  ( $T_{fus}=618^{\circ}C$  e  $T_{eb}=$  ---)che è stabile a temperatura ambiente, mentre a temperature elevate è estremamente instabile rispetto a  $Li_2O(si$  forma per combustione del metallo in aria) e  $CO_2$  nei quali si decompone.

Alla fine di ogni campagna sperimentale insorge la difficoltà nel rimuovere la deposizione di litio perché il carbonato non è facilmente asportabile a temperatura di camera così come l'anidride di litio e gli altri composti che sono solidi e quindi non possono essere pompati via.

La formazione di legami tra Li-C-H è verificata dall'osservazione che dopo ogni scarica di idrogeno il flusso dalla parete è molto inferiore rispetto alla parete pulita: quindi è verificato l'effetto del litio nell'incremento della capacità della parete di assorbire idrogeno.

Con l'analisi e lo studio dei composti che si formano durante l'interazione della parete condizionata con il plasma e con le GDC si può verificare e capire l'effetto del litio nei confronti delle impurezze e della densità del plasma.

## Capitolo 5

### ANALISI DELL'EFFICACIA DEI SISTEMI DI COPERTURA PARETE MEDIANTE L'UTILIZZO DI PROVINI

Grazie all'analisi chimico fisica di provini in grafite si determinano i reali profili di deposizione di boro sulla prima parete quantificando l'efficacia della tecnica di boronizzazione sperimentata in RFX.

#### 5.1 Provini: produzione e posizionamento

I provini utilizzati per lo studio dell'interazione del plasma con la parete sono stati prodotti con lo stesso materiale utilizzato per le mattonelle in grafite della camera e modellati con una struttura specifica a seconda della posizione in cui sono inseriti.

#### 5.1.1 PROCESSO DI DEGASAZIONE STRUMENTI

Il vuoto mantenuto in camera è di tipo UHV (ultra alto vuoto) dell'ordine di  $P = 10^{-12}$  bar, perciò il contributo di degassamento prodotto da materiali immessi in camera sottoposti a temperature elevate è estremamente dannoso; tutti gli strumenti di RFX devono sottostare alle specifiche di UHV: riscaldamento a 310°C per 72 ore con pompaggio ad alto vuoto. La procedura standard, effettuata su ogni strumento da inserire in camera, varia a seconda che si stia trattando acciaio o grafite (si analizzano questi due materiali perché sono i più diffusi all'interno della camera da vuoto).

Ogni elemento di acciaio che andrà inserito in camera subisce una serie di trattamenti:

- sgrassaggio con acetone: all'interno di una camera d'aspirazione l'oggetto è lavato con acetone, questo solvente interagisce con i grassi (unto, olio lubrificante..) e ne rimuove la maggior parte

- lavaggio in vasca a ultrasuoni (Fig. 5.1): questo processo è più sofisticato e si effettua in due vasche riempite con acqua demineralizzata in cui è presente una piastra con trasduttori piezoelettrici che producono ultrasuoni. Essi rappresentano il sistema più energico e rapido per rimuovere oli, grassi, sfridi di lavorazione, polvere dagli interstizi più piccoli e inaccessibili. Il lavaggio è effettuato in tre fasi e a diverse temperature.



Fig. 5.1 Vasca a ultrasuoni

- ventilazione con azoto compresso: in questo modo si elimina la maggior parte dell'acqua e si evita l'assorbimento di altre particelle

- riscaldamento in forno: il pezzo di acciaio anche se pulito da molecole organiche è impregnato d'acqua (in camera da vuoto è presente un sistema di pompaggio del vapore ma è meglio limitare le immissioni di molecole indesiderate). Il forno è mantenuto in vuoto ed è riscaldato a infrarossi fino alla temperatura di 310°C misurati in camera. L'oggetto è mantenuto alla temperatura stabilita per tre giorni e riportato alla temperatura ambiente, successivamente viene ventilato con azoto e riportato alla pressione ambiente: ora è pronto per essere inserito in camera.

Ogni elemento in grafite, tra cui i provini, che andrà inserito in camera subisce un trattamento più semplice perché durante i processi di produzione la grafite è lavorata a secco e non subisce particolari contaminazioni.

L'oggetto è direttamente inserito in forno e partecipa al ciclo di degasaggio a 310°C per 72 ore più la ventilazione ad azoto.

Durante le campagne di boronizzazione analizzate sono stati inseriti all'interno della camera 3 provini (Fig. 5.2):

- uno in posizione orizzontale (PROVINO 2D) in corrispondenza di un anodo della GDC
- uno in posizione verticale posizionato dall'alto grazie al manipolatore porta provini (PROVINO 9D) spostato di 30° rispetto al secondo anodo della GDC
- uno in posizione verticale inserito dal basso (PROVINO 11D) spostato di 90° rispetto ad entrambi gli anodi della GDC.



Fig. 5.2 Visualizzazione delle diagnostiche presenti nella camera da vuoto

I provini sono inseriti come punta di alcune diagnostiche già esistenti o con dei manipolatori porta provini predisposti per essere compatibili con le condizioni di vuoto UHV. Essi sono modellati e posizionati nella camera in modo da creare un profilo uniforme con la parete senza esporre angoli o cavità al plasma.

Il provino 2D è diviso a metà così da avere a disposizione due campioni in un'unica posizione: le due facce sono esposte al plasma allo stesso modo e nello stesso tempo ma possono essere sostituite in modo indipendente.

Grazie a questa peculiarità si è deciso di provare nella campagna di boronizzazione di maggio 2011 un nuovo set di sperimentazioni.

Si è deciso di dividere le 4 ore di GDC in due stadi perché si vuole analizzare l'andamento della deposizione del boro nelle prime 2 ore e nelle ultime 2 ore.

Per questo esperimento utilizzo il provino in posizione equatoriale 2D perché ha il profilo piatto ed è suddiviso in due facce identiche:

- le prime due facce partecipano alla B2H6-GDC iniziale di due ore;
- si interrompe la GDC (senza sospendere il sistema di baking) e si estrae il campione sostituendo una faccia con una nuova
- il campione è reinserito nella stessa posizione precedentemente acquisita e subisce una GDC di altre due ore

In questo modo otterrò nella posizione equatoriale tre campioni da analizzare:

- uno che subisce la GDC di 4 ore
- uno che subisce la GDC di 2 ore iniziali
- uno che subisce la GDC di 2 ore finali





Fig. 5.3 Provino equatoriale 2D

Fig.5.4 Provino 9D e 11D

I provini 9D e 11D, che sono inseriti rispettivamente dall'alto e dal basso all'interno della camera da vuoto, sono costituiti da quattro sezioni a due a due di profilo diverso. La loro forma particolare serve per seguire perfettamente il profilo delle mattonelle nella camera da vuoto senza esporre ad essa angoli o cavità.

Questi e gli altri provini vengono quindi estratti e confezionati sotto vuoto per poter essere poi analizzati dopo alcuni giorni dall'estrazione.



Figg. 5.5 Disegno e sezione dei provini costruiti per le posizioni 9D e 11D

# 5.2 Analisi S.I.M.S. dei campioni



Fig. 5.6 Visione generale del S.I.M.S.

Fig. 5.7 Porta campioni

Il S.I.M.S. (Spettrometria di Massa di Ioni Secondari) è una tecnica di analisi superficiale molto sensibile, che consente la determinazione di elementi presenti in matrici solide fino a valori di concentrazione di p.p.m.

Essa può essere applicata alla determinazione chimica elementare e isotopica degli elementi compresi l'idrogeno e i più leggeri. L'elevata sensibilità è correlata con l'assenza di segnale di fondo intrinseco, quindi si ottiene elevato rapporto segnale-rumore.

I provini posizionati in camera sono modellati per poter essere analizzati, ossia si taglia la faccia superficiale esposta al plasma ottenendo un campione di forma rettangolare alto 2 mm. Prima di essere inserito nel S.I.M.S. è ricoperto da alluminio in modo da isolare solo la parte centrale del campione (si minimizzano gli effetti di bordo), successiamente è posto sotto vuoto: la pressione di  $2 * 10^{-8}$  mbar si raggiunge dopo 12 ore di pompaggio.

L'analisi consiste in un bombardamento da un fascio di ioni primari  $O_2^+$  di energia di 6 KeV, esso è generato in un cannone ionico duoplasmatron a filtro di massa (VG Fisons, Mod DP50B) di dimensione 0.5mm\*0.5mm.

Gli ioni primari, focalizzati da una serie di lenti, interagendo con la superficie provocano l'emissione di particelle e una certa frazione di esse (<1 %) è in uno stato ionizzato (ioni secondari). Gli ioni secondari, aventi un'energia compresa tra 50 e 100 eV, sono focalizzati nell'analizzatore a quadrupolo (Mod.EQS1000, Hiden, UK), con un settore elettrostatico a 45° come filtro d'energia, che li rivela in base al rapporto massa su carica rivelata. [Grazie al campo magnetico presente, a seconda di come variano i raggi di curvatura degli ioni risalgo al loro valore di peso atomico.]

Diversamente dalle altre tecniche di sputtering, la metodologia S.I.M.S. consente l'analisi in continuo della parte erosa del campione e non del campione rimasto in seguito all'erosione.

La resa ionica della specie può essere influenzata da vari fattori sperimentali quali la massa, l'energia, l'angolo d'incidenza degli ioni primari e dall'energia di ionizzazione e

l'affinità elettronica dei componenti del campione. Per questo gli elementi come metalli alcalini e alcalino-terrosi avranno una resa ionica molto elevata come ioni positivi, mentre gli alogeni daranno segnali molto intensi come ioni negativi.

Per un'analisi accurata si eseguono quattro fasi, ovvero quattro bombardamenti con fasci ionici di potenza e risoluzione spaziale differente:



Per la determinazione dei profili di litio e boro si utilizzeranno le analisi con ioni positivi mentre per verificare la presenza di impurità come ossigeno, ferro, alluminio...si utilizzerà la analisi con ioni negativi.

Il S.I.M.S. analizza le masse atomiche, se voglio capire l'andamento di un particolare elemento devo assegnare allo strumento la corrispondente u.m.a. da analizzare.

Preliminarmente su un campione rappresentativo si esegue l'analisi generica su un range di u.m.a. (solitamente su 120 u.m.a.), in questo modo si visualizza quali sono quelle più presenti e si intuisce a quali elementi, composti possono corrispondere.

Lo strumento ci restituisce lo spettro delle masse atomiche rilevate, grazie ad esso posso ottenere informazioni anche riguardanti le proporzioni d'isotopi presenti, una volta analizzato si isolano i composti interessanti per una analisi più accurata e si esegue la procedura in quattro fasi solo sulle u.m.a scelte.



Dall'analisi dei cps rilevati nel tempo dal SIMS si vuole seguire la distribuzione delle specie chimiche lungo lo spessore della lamina del campione analizzata. Per fare ciò è necessario correlare il tempo di scarica del fascio di ioni ossigeno con lo spazio eroso nel campione per riportare i dati ottenuti non più in funzione del tempo ma in funzione della distanza dalla superficie.

Grazie all'uso del profilometro dello IENI (modello Tencor P-10) si rileva per ogni provino lo spessore eroso dal bombardamento di ciascun fascio (ioni positivi o negativi). Esso è un profilometro meccanico dotato di un ago molto sensibile che riesce a riconoscere variazioni di altezza di 10 nm. Misurando la profondità totale di ogni cratere detto Z si ricava la velocità di erosione che viene descritta dalla legge  $V_{er} = d z /d t$  approssimabile a V = Z / T dove T è il tempo di sputtering che è noto dalle informazioni impostate per caratterizzare il fascio da sparare sul campione.

Ottenuti i profili delle specie chimiche lungo lo spessore del provino, si devono fare alcune osservazioni. Come si nota dai grafici successivi, tutte le specie ioniche hanno un profilo ascendente iniziale molto marcato e una successiva decrescita. L'impennata iniziale non è realistica, o meglio è dovuta e accentuata dalla presenza di ossigeno sulla superficie, infatti il campione è esposto all'aria ed è quindi ossidato.

Lo strato di ossigeno quando viene bombardato dal fascio di ioni ossigeno produce ioni di ritorno che sommati agli ioni inviati al campione creano un'impennata del segnale che non dipende dalla distribuzione delle specie nel campione.

Questo picco iniziale dovuto agli ioni di ossigeno si ripercuote quindi su tutte le altre specie.

### 5.3 Elaborazione dati e risultati ottenuti

Per analizzare le specie che interessano, ovvero il boro, e poterle confrontare tra loro si assume una semplificazione. Considerando la quantità di ossigeno costante, poiché prodotta dal fascio di ioni, si normalizzano all'ossigeno (massa 16) tutti i dati ricavati, la cui unità di misura è c.p.s, ovvero counts per second.. In questo modo si attenua l'impennata iniziale degli spettri che è dovuta all'accavallamento di ioni ossigeno in ingresso e uscita, si può attuare un confronto tra le varie specie rilevate.

Il confronto tra gli spettri che saranno esposti nei grafici successivi è non quantitativa poiché ciascun provino è soggetto ad un fascio di ioni ossigeno di intensità diversa e quindi l'intensità delle particelle rilevate dal detector è relativa alle condizioni di ciascun fascio e quindi caratteristica di ciascuna analisi.

Si può attuare, ed è quello che interessa, un confronto sull'ampiezza delle curve e quindi sulla deposizione del boro all'interno del campione. In questo modo è possibile verificare il profilo di deposizione del boro tramite boronizzazione su ogni provino e quindi verificare se il sistema è in grado di produrre una copertura uniforme su tutta la prima parete di RFX.

Quasi tutti i grafici confronteranno i profili del B11+/O+ ovvero il segnale relativo all'isotopo di massa 11 di boro colpito da ioni positivi di ossigeno e normalizzato.



Il grafico mostra che i profili di B10, ovvero il boro di massa 10, hanno andamento molto simile a quelli dell'isotopo 11 ma in forma rimpicciolita e meno prolungata all'interno del campione.

Quindi nella maggior parte dei grafici seguenti saranno mostrate solo le curve relative all'isotopo più pesante così da non creare un accavallamento di curve.

### Confronto dello spessore di boro depositato su provini in grafite situati in diverse posizioni e dopo aver subito trattamenti di condizionamento differenti.

#### **BORONIZZAZIONE: 30 MINUTI RUN 1621**



Si visualizza la deposizione del boro nelle varie facce di uno stesso provino posizionato in posizione 9D. Il provino 9DI (faccia 1S)ha subito solo boronizzazione, i provini 9D II, 9D III, 9D IV hanno subito dopo il trattamento di condizionamento varie scariche in idrogeno. La presenza del plasma ha evidentemente diminuito lo spessore di boro all'interno del campione; per tutti i provini considerati lo spessore di boro depositato è dell'ordine dei 20 - 30 nm.



Si nota come in posizione 2D, che è proprio in prossimità dell'anodo della GDC, lo spessore di boro depositato e penetrato all'interno del campione sia maggiore.

Per la posizione 9D lo spessore depositato è dell'ordine di 25 nm mentre in posizione 2D il boro penetra fino a 45 nm.

Si evidenzia il confronto tramite l'analisi del provino 9D I e 2D I che hanno subito solo la boronizzazione.



#### **BORONIZZAZIONE: 120 MINUTI RUN 1645**



Le analisi sono condotte per entrambi gli isotopi del boro normalizzati all'ossigeno per i provini 9D IX e 9D X. Entrambi hanno subito la boronizzazione da 120 minuti, il 9D X ha subito successivamente una scarica di plasma all'idrogeno. A causa della scarica al plasma lo strato superficiale di boro è diminuito e contemporaneamente ha avuto il tempo per diffondere in profondità



Grazie a questo grafico si verifica l'asimmetria della deposizione di boro sulla parete di RFX. La posizione 9D è spostata rispetto all'anodo della GDC di soli 30 ° eppure lo spessore è ben minore rispetto allo strato di deposizione ottenuto in posizione 2D.

Il profilo di boro nel provino 2D V mostra un andamento più appiattito e lo spessore depositato è elevatissimo, inoltre la diffusione del boro all'interno del campione raggiunge i 400 nm.



#### **BORONIZZAZIONE: 240 MINUTI RUN 1691**

L'isotopo B11 è l'80% del boro che si trova in natura, per questo i profili di B11 sono molto più alti ma al contempo della stessa distribuzione.



L'asimmetria della deposizione è ancora più accentuata analizzando provini in posizione 9D e 11D. I provini 11D I, II,I II, IV presentano uno spessore di boro di circa 5 nm,

mentre il provino in posizione 9D che è posizionato vicino all'anodo della GDC dimostra uno strato di boro di circa 20 - 40 nm.



#### **BORONIZZAZIONE: 360 MINUTI RUN 1743**

Lo spessore in cui è presente il boro 11 all'interno del campione è di circa 50 nm per tutti i provini, risultato attendibile dato che essi sono diverse facce di uno stesso campione.



Il confronto svolto è analogo a quello effettuato per la BORONIZZAZIONE 240', anche qui si nota l'enorme discrepanza tra lo spessore di boro in posizione 9 D, di circa 40 nm, e lo spessore in posizione 11 D di appena 10 nm.

#### SPESSORE DEPOSITATO IN UN'UNICA POSIZIONE IN SEGUITO A BORONIZZAZIONI DI DIVERSA DURATA

#### **POSIZIONE 9D**



Per l'analisi in diversi tempi utilizzo il campione 9D che ha subito tutte e 4 le boronizzazioni ed essendo nella stessa posizione, il confronto tra i profili è solamente in base alla diversa durata della boronizzazione.

BORONIZZAZIONE 30 minuti: utilizzo il provino 9D I (1S) BORONIZZAZIONE 120 minuti: utilizzo il provino 9D IX (1D) BORONIZZAZIONE 240 minuti: utilizzo il provino 9D XVIII (1S) BORONIZZAZIONE 360 minuti: utilizzo il provino 9D XXVII (1D)

Il grafico mostra una corrispondenza non lineare tra durata boronizzazione e spessore depositato. Lo spessore depositato su 9DI è di circa 20 - 40 nm, con una GDC di durata quattro volte superiore lo spessore depositato è di 30 - 50 nm, .

Per GDC di 240 minuti si ottiene uno spessore di circa 40 nm e in quella da 360' lo spessore è di 50 nm.



#### **POSIZIONE 11D**



L'analisi in posizione 11D è effetuata grazie ai provini: BORONIZZAZIONE 240': utilizzo provini 11D I, 11D II, 11D III e 11D IV. BORONIZZAZIONE 360': utilizzo provini 11D V, 11D VI.

L'analisi mostra una corrispondenza lineare tra durata boronizzazione e spessore depositato nei due casi: con trattamento di 240' ottengo uno spessore di 5 nm, mentre per 360' ottengo uno spessore di circa 10nm. Purtroppo il provino 11 D non ha subito

boronizzazioni di durata 30' e 120' quindi non è possibile attuare una analisi completa durata boronizzazione - spessore.

#### **POSIZIONE 2D**



L'analisi in posizione 2D è effettuata grazie ai provini: BORONIZZAZIONE 30':utilizzo provino 2D I BORONIZZAZIONE 120': utilizzo provino 2D V

#### SPESSORE DEPOSITATO SUI PROVINI DI FORMA INCLINATA O PIATTA IN POSIZIONE 9D E 11D



Nei provini in posizione 1D e 1S, cioè in quelli di forma piatta, è evidente un leggero aumento nello spessore di deposizione.



Non si osserva un aumento della deposizione di boro nel provino di conformazione piatta.

## 5.4 Conclusioni e osservazioni

<u>**CONCLUSIONI:</u>**L'analisi effettuata è stata condotta su provini analizzati precedentemente alla boronizzazione di maggio 2011 poiché il S.I.M.S. non era disponibile ad analizzare i nuovi campioni in tempi brevi.</u>

Nella sperimentazione di maggio si era pianificato lo studio sulla deposizione di boro per tutte le posizioni: 2D, 9D e 11D. Inoltre per la posizione 2D è stato effettuato un programma di studio della boronizzazione ripartito su 3 provini in: 4 ore totali, 2 ore iniziali e 2 ore finali così da poter analizzare per lo stesso trattamento e per la stessa posizione l'evoluzione della deposizione di boro.

Non avendo questi risultati si può intanto riconoscere che per la posizione 11D cioè quella più distante dagli anodi della GDC, l'aumento della durata del trattamento influisce fortemente sull'aumento dello spessore di boro. Si ottiene il raddoppiamento dello spessore di boro, da circa 5 nm a 10 nm, grazie a un incremento della durata del trattamento da 240' a 360'.

Per la posizione 9D l'effetto riscontrato non è così evidente, probabilmente a causa di fenomeni di saturazione di boro e rideposizione. Inoltre lo studio effettuato è stato condotto con risultati di analisi svolte su provini che han subito trattamenti in mesi e prove differenti, questo può provocare errori che nella boronizzazione di maggio sono stati eliminati poiché il confronto è effettuato su un trattamento effettuato lo stesso giorno e nelle stesse condizioni operative.

Lo spessore di boro depositato in posizione 9D non aumenta con lo stesso incremento riscontrato nella posizione 11D. Anzi per il trattamento da 240' lo spessore depositato è, se non minore, circa uguale a quello ottenuto con il trattamento da 30'.

L'analisi da 120' non dà risultati sperimentali in linea con le altre analisi, i profili non sono confrontabili con quelli degli altri provini(da verificare).

**OSSERVAZIONI**: prima di concludere questo lavoro di tesi sono stati resi disponibili i risultati di qualche provino partecipe alla boronizzazione di maggio 2011.



BORONIZZAZIONE: 240 MINUTI

È stato possibile confrontare lo spessore di boro depositato durante la boronizzazione da 240' in tutte e tre le posioni: 2D, 9D e11D.

È evidente la differente distribuzione di boro nelle tre posizioni. Nella posizione 2D lo spessore è estremamente elevato e il boro è diffuso in profondità all'interno del provino, nelle posizioni 9D e 11D non si riscontrano i profili ottenuti nelle analisi presentate precedentemente. Sembra che lo spessore depositato nella posizione 11D sia leggermente inferiore a quello della posizione 9D al contrario di quanto è stato esposto.

È necessario una verifica ulteriore dei dati e la analisi degli altri provini partecipi alla boronizzazione di maggio.

# Capitolo 6

# ANALISI DELL'INTERAZIONE DELLA GDC SU DIAGNOSTICHE

Attraverso l'analisi compositiva di alcuni provini in berillio qualifico e quantifico il processo di contaminazione dell'interfaccia in berillio di una diagnostica sottoposta a trattamenti di GDC. Si vuole consentire la presenza in camera, durante trattamenti alla parete, di strumentazioni non necessarie per cui si vuol verificare che esse non subiscano danni.

### 6.1 Provino in berillio: interfaccia diagnostica – plasma

La camera da vuoto di RFX è fornita di molti strumenti di misura per il continuo monitoraggio delle caratteristiche del plasma: densità, temperatura, potenza assorbita e dissipata, diffusione termica, trasporto di particelle, interazioni plasma-parete, livello di impurezze presenti.

Questi strumenti di misura, detti diagnostiche, richiedono manutenzione e attenzione continui. Durante le campagne sperimentali le interfacce diagnostiche-plasma vengono sottoposte a forti stress termici, quindi per preservarle il più a lungo possibile, le diagnostiche vengono ritirate dalla camera da vuoto ogni qualvolta non siano necessarie, cioè durante i processi di  $H_2$ -GDC e He-GDC.

Per compiere questa operazione si impiega una ventina di minuti ed essa va effettuata ogni qualvolta si decida di pulire la parete durante le campagne sperimentali.

Oltre alla perdita di tempo ci si è chiesto quale sia l'effetto della GDC sulle varie interfacce (ognuna di esse è fatta in materiale diverso a seconda dello scopo che deve assolvere). La GDC è infatti un sistema di pulitura tramite sputtering fisico-chimico delle superfici, quindi in linea teorica si può pensare che essa giovi anche alle superfici delle diagnostiche che sono soggette al fenomeno del PWI durante gli esperimenti.

Per verificare questa ipotesi si è avviata una sperimentazione sulla diagnostica 7D che entra in interazione col plasma tramite un'interfaccia in berillio.

Non potendo utilizzare la diagnostica per sperimentazioni si utilizza il manipolatore porta provini (Fig. 6.1), usato anche con provini in grafite per le analisi sulla boronizzazione, con una punta predisposta per esporre la lamina di berillio (Fig. 6.2).



Fig. 6.1 Manipolatore porta provini con punta in grafite predisposta a sostenere la lamina in berillio come provino



Fig. 6.2 Dettaglio del provino 9D porta campione in berillio

Il manipolatore è posto simmetricamente rispetto alla diagnostica in modo da validare la sperimentazione: è riprodotta la stessa distanza diagnostica 7D – anodo e la stessa orientazione della piastrina di berillio rispetto all'anodo.



Fig. 6.3 Veduta della diagnostica 7D e del provino da analizzare in relazione agli anodi della GDC

Il manipolatore è stato esposto alternativamente a due tipologie di GDC con due provini in berillio di stessa forma: uno ha subito un trattamento di He-GDC, l'altro è stato sottoposto a entrambi i trattamenti di GDC (con elio e idrogeno).

Entrambi i provini assieme a un altro della stessa fattura ma intonso (detto blank) sono stati analizzati al SEM con lo scopo di indagare l'interazione della GDC sulla superficie metallica:

- tramite analisi morfologica si cercano possibili interazioni profonde come graffiature o incisioni

- tramite analisi compositiva si indaga su possibili contaminazioni dovute allo sputtering della prima parete

# 6.2 Analisi dei campioni al S.E.M.



Figg. 6.4 - 6.5 Visione generale dello strumento analitico S.E.M.

Il S.E.M. (Microscopio Elettronico a Scansione) (Figg. 6.4-6.5) è uno strumento elettroottico che permette, in seguito all'emissione di un fascio di elettroni, di analizzare i vari segnali prodotti dall'interazione degli elettroni del fascio con il campione in esame.

L'elaborazione di questi segnali consente di ottenere un'ampia gamma di informazioni non solo morfologiche, ma anche compositive e strutturali relative alle varie parti di cui è costituito il campione.

Il SEM è costituito da una colonna elettronica in cui è generato il fascio elettronico mediante un filamento in tungsteno che portato a elevata temperatura produce elettroni. Essi sono accelerati a energia variabile (tra 200 eV e 30 KeV) grazie a un anodo posto sotto il filamento. Il fascio prodotto viene focalizzato da una serie di lenti elettromagnetiche e di fenditure all'interno della colonna e inviato al campione all'interno della camera da vuoto (pressione a  $10^{-9}$  atm =  $10^{-9}$  bar).

Dall'istante in cui il fascio elettronico colpisce la superficie del campione gli elettroni del fascio iniziano ad interagire con i nuclei e le nuvole elettroniche degli atomi di cui è costituito il campione. Il risultato di questi processi è la produzione di una notevole varietà di segnali: elettroni secondari, elettroni retrodiffusi, elettroni assorbiti, elettroni trasmessi, elettroni Auger, coppie elettrone-lacuna, radiazione elettromagnetica (nello spettro UV-IR) e radiazione X.

La regione del campione da cui si originano i segnali di interazione con il fascio e da cui questi escono per venire rivelati è chiamata volume di interazione. La forma e le dimensioni di tale volume dipendono dalle caratteristiche del fascio incidente e dalla composizione del campione e, in molti casi, risultano più estese del diametro del fascio determinando così il limite di risoluzione, che nel nostro caso è di 50Å.



Fig. 6.6 Zone del campione in cui si originano alcuni tipi di segnale prodotti dall'interazione fascio-campione.

Il SEM utilizzato è equipaggiato con tre diversi rivelatori che permettono l'acquisizione di tre diversi segnali:

- elettoni secondari (Secondary Electrons, SE)
- elettroni retrodiffusi (Backscatter Electrons, BSE)
- radiazione X

<u>ANALISI SE</u>: gli elettroni secondari sono elettroni a bassa energia ( compresa tra 50 e 100 eV ) provenienti dalla porzione più superficiale del campione (pochi nm).

La proprietà principale di questo tipo di segnale è quella di essere fortemente controllato dalla **morfologia** del campione, pertanto l'immagine risultante sarà l'immagine in bianco e nero dell'area interessata dalla scansione del fascio in cui il contrasto delle tonalità di grigio metterà in risalto l'aspetto tridimensionale dell'oggetto in esame. L'utilizzo di questo tipo di segnale è rivolto allo studio delle caratteristiche morfologiche di oggetti tridimensionali o dei loro rapporti strutturali.

**<u>ANALISI BSE</u>**: gli elettroni retrodiffusi sono elettroni ad alta energia (da 50 eV all'energia degli elettroni del fascio) prodotti fino ad una certa profondità del campione (pochi micron). La loro energia dipende direttamente dall'energia del fascio incidente e dalla composizione chimica (più precisamente, dal **peso atomico medio**) del materiale di cui è costituito il campione, quindi l'immagine risultante sarà un'immagine in bianco e nero dell'area interessata dalla scansione del fascio in cui il contrasto delle tonalità di grigio metterà in risalto la diversità di **composizione chimica** delle diverse parti che compongono il campione. In particolare, risulteranno relativamente più chiare le parti composte da un materiale a peso atomico medio elevato e più scure le parti a peso atomico medio inferiore; il caso estremo è il nero che corrisponde a non emissione (parti vuote del campione).

<u>ANALISI RX</u>: a differenza dei primi due tipi di segnale (elettroni) la radiazione X non fornisce un'immagine legata ad un contrasto topografico (SE) o compositivo (BSE) dell'area interessata dalla scansione. Lo scopo della microanalisi RX è ottenere **un'analisi** chimica puntuale di un oggetto in esame. Per questo motivo viene interrotta la scansione

del fascio che può essere quindi posizionato a piacere su un qualsiasi punto dell'area da analizzare. L'immagine risultante sarà uno spettro di Raggi X da cui si può risalire alla composizione chimica del materiale analizzato poiché ogni picco dello spettro è riconducibile ad una ben precisa specie atomica.

Infatti la radiazione X deriva dalla ionizzazione dell'atomo nelle orbite più interne da parte del fascio incidente. Un elettrone primario può espellere un elettrone dell'orbita K, L o M dell'atomo, perdendo allo stesso tempo l'energia EK, EL, EM, corrispondente all'orbita dell'elettrone con cui ha interagito. L'atomo ionizzato potrà riacquisire la stabilità scendendo a livelli energetici inferiori, mediante l'occupazione della lacuna da parte di elettroni più esterni, con concomitante emissione del fotone X corrispondente. Le radiazioni X così emesse sono caratteristiche dell'atomo che le ha prodotte e ne consentono il riconoscimento.

Il fascio elettronico può essere configurato a seconda del tipo di analisi da effettuare, i parametri che possono essere modificati sono due: l'accelerazione (agendo sulla differenza di potenziale) posta nel nostro esperimento a 2000 kV, e il diametro finale o spot size (modificabile intervenendo sulle lenti elettromagnetiche) posto a  $3.5 \,\mu\text{m}$ .

## 6.3 Elaborazione dati e grafici

# **ANALISI SE: analisi morfologica**

**CAMPIONE** blank

ingrandimento 1000x



### **CAMPIONE 1: esposto alla He – GDC**

### ingrandimento 1000x



CAMPIONE 2: esposto alla He – GDC e H<sub>2</sub> –GDC ingrandimento 1000x



### **CAMPIONE** blank

### ingrandimento 1500x



**CAMPIONE 1: esposto alla He – GDC** 

ingrandimento 1500x



CAMPIONE 2: esposto alla He – GDC e H<sub>2</sub> –GDC ingrandimento 1500x



**CAMPIONE** blank

ingrandimento 50000x



CAMPIONE 1: esposto alla He – GDC

ingrandimento 50000x



CAMPIONE 2: esposto alla He – GDC e H<sub>2</sub> –GDC ingrandi

ingrandimento 50000x



L'analisi morfologica è effettuata con analisi degli elettroni secondari che, essendo a bassa energia, sono rilevabili entro il primo micron superficiale per questo danno informazioni precise e attendibili sulla morfologia delle zone analizzate.

Dal confronto delle analisi sui diversi campioni, grazie all'ingrandimento 50000 x, noto una rilevante differenza nella struttura del blank rispetto alla struttura dei campioni 1 e 2.

Sia nel campione 1 che nel campione 2 noto una morfologia a tartaruga regolare, mentre la superficie del blank ha la medesima morfologia ma è molto più irregolare e presenta venature e chiazze di colori differenti.

Grazie alle analisi con i raggi X noto che le zone più superficiali del campione(zone bianco-grigiastre) sono ricche di ossigeno, carbonio e ferro, mentre le zone meno in rilievo (zone nero-grigiaste) ne sono povere, questo indica delle zone di ossidazione superficiali costituite principalmente da ruggine.

Complessivamente la morfologia del blank è meno omogenea rispetto alle superfici che hanno subito le GDC: sono evidenti zone di colore chiaro distribuite su tutta la lamina intervallate da profondi solchi e striature.

## ANALISI BSE: analisi compositiva

#### **CAMPIONE blank**

ingrandimento 66x



**CAMPIONE 1: esposto alla He – GDC** 

ingrandimento 50x



CAMPIONE 2: esposto alla He – GDC e H<sub>2</sub> –GDC ingrand





Dall'analisi con elettroni retrodiffusi si visualizza la composizione chimica del provino, il nero corrisponde alla non emissione: accade per parti vuote del campione oppure, come in questo caso, alla non rilevazione dell'elemento berillio perché esso è un elemento a peso atomico troppo basso.

I campioni 1 e 2 sono molto simili dal punto di vista delle contaminazioni superficiali: grazie all'ingrandimento inserito (50 x, 60 x) si riscontra una simile dispersione di macchie di simili dimensioni.

Eseguendo un calcolo approssimato sulla quantità di macchie chiare rispetto alla superficie del campione ottengo un rapporto:

area macchie : area superficie campione = 1 : 50000

Questa proporzione è valida sia nel caso del campione 1 che nel caso del campione 2 ( area macchie stimata =  $400 \ \mu\text{m}^2$ , area campione =  $(5 \text{mm})^2$ =  $25000000 \ \mu\text{m}^2$ ).

Per confrontare l'azione della GDC sulla contaminazione superficiale dei provini saranno riportate le immagini di BSE comparative solo dei campioni 1 e del blank, in quanto il campione 2 non ha una struttura compositiva peculiare ma associabile a quella del campione 1.

L'azione della GDC, che sia di elio o idrogeno, ha quindi lo stesso influsso contaminante sulla superficie del provino.

Nonostante lo stesso ingrandimento, sulla superficie del blank sono distribuite una notevole quantità di macchie di dimensioni maggiori rispetto a quelle presenti nei campioni 1 e 2.

Si ipotizza quindi una maggior contaminazione esistente nella lastra di berillio al momento della preparazione e montaggio in diagnostica rispetto alla placca già montata e sottoposta ai processi di GDC in camera di RFX.

### **CAMPIONE** blank

#### ingrandimento 1200x



**CAMPIONE 1: esposto alla He – GDC** 

#### ingrandimento 1200x



Grazie agli ingrandimenti a 1200x si nota che sulla superficie del blank sono presenti una considerevole quantità di "macchie" disperse per tutta la superficie.

Grazie all'analisi RX posizionata sulla zona chiara del campione blank visualizzo la composizione chimica di queste particelle:

# SPETTRO RX DELLA MACCHIA BIANCA EVIDENZIATA NEL BLANK



Analizzando ogni macchia chiara presente nei tre campioni, gli elementi ricorrenti e preponderanti sono: ossigeno – ferro – cromo.

Come già accennato le zone chiare sono zone a più alto peso medio atomico: vista l'alta presenza di ossigeno e ferro si caratterizzano zone di ruggine o comunque generalmente di ossidi.

Naturalmente per esposizione all'aria si forma sulla superficie del berillio, come per l'alluminio, un leggero strato di ossido che protegge il metallo dal successivo attacco di agenti esterni.

## 6.4 Conclusioni e osservazioni

**<u>CONCLUSIONI</u>**: Le analisi effettuate sono state eseguite su tre campioni e le conclusioni da trarre possono essere ricondotte a questa piccola ampiezza campionaria. Dei campioni 1 e 2 non si hanno informazioni della superficie blank ma il blank analizzato proviene dalla stessa lastra metallica da cui sono stati ricavati questi campioni. Quindi è ragionevolmente preso come campione rappresentativo di qualsiasi lastra di berillio utilizzata come campione.

Lo scopo dell'analisi era verificare il livello di danneggiamento delle interfacce in berillio se sottoposte a processi di GDC: per specificare lo studio si scelgono due campioni che hanno subito due processi differenti di GDC poiché la camera può essere sottoposta ad entrambe le scariche o ad una sola.

Dall'analisi morfologica e compositiva si evidenzia subito l'analogia delle superfici dei campioni 1 e 2 seppur esse abbiano percorso due storie differenti. Da questo si è dedotto che l'azione della GDC che sia di elio o di elio – idrogeno ha la stessa influenza e modifica allo stesso modo il campione.

Il passo successivo dello studio è quello di confrontare i campioni 1 e 2, ormai considerati come un'unica superficie, con il blank e quindi garantire l'integrità delle interfacce ai processi di GDC permettendo alle diagnostiche di trovarsi in camera di RFX durante i processi di pulitura della prima parete.

Il confronto è effettuato per via qualitativo analizzando le immagini ottenute dal SEM e riportando qui quelle più significative.

Grazie all'analisi morfologica sono evidenti le incisioni e la superficie irregolare del blank rispetto alle immagini ottenute dai due campioni che hanno subito due processi differenti ma di analoga procedura.

Grazie all'analisi compositiva sono riscontrabili le differenti dispersioni di chiazze chiare sul fondo nero di berillio: qui l'analisi (per lo più qualitativa) prova che la contaminazione nel blank di ossidi e ruggine è molto più estesa e disomogenea rispetto ai provini 1 e 2.

Perciò non ci sono elementi che provino un'interazione negativa della GDC con la interfaccia della diagnostica 7D ma anzi sono evidenti effetti benefici di pulizia e omogeneizzazione della superficie.

**OSSERVAZIONI:** Grazie allo studio attuato sul PWI descritto nei capitoli precedenti è avanzata un'ipotesi non ancora verificata sul motivo della diversa conformazione dei provini:1, 2 e blank.

Durante i processi di GDC sono in competizione due fenomeni: erosione e deposizione; si potrebbe pensare che la morfologia più omogenea dei campioni 1 e 2 sia dovuta a una deposizione di un sottile film di grafite sopra la lamina di berillio.

Quindi l'interfaccia in berillio non sarebbe più pulita rispetto al blank ma ricoperta da uno strato di grafite eroso dalla prima parete della camera durante la GDC; questa ipotesi non può essere verificata tramite le analisi al SEM poiché la composizione di una zona è rilevabile tramite ANALISI RX. Questa tecnica si serve di segnali prodotti dagli strati più interni del volume d'interazione fascio – campione (vedi Fig.6.6).

Se si volesse verificare la presenza di un film di grafite eseguendo l'analisi RX, il picco di carbonio sarebbe rappresentativo dell'intero volume di analisi per cui sarebbe erroneamente molto basso. L'unico modo per valutare l'ordine di grandezza e l'effettiva presenza di uno strato in grafite superficiale (entro il primo micron) è quello di analizzare il campione al SIMS utilizzando un fascio di ioni a bassa energia.

Questa analisi è programmata ma i risultati non sono ancora disponibili, le conclusioni fin qui esposte tengono da conto la competenza del tecnico responsabile delle analisi al SEM il quale ha una familiarità tale con questo strumento per cui è in grado di riconoscere dall'analisi morfologica (questa si è effettuata entro i primi 50 nm dalla superficie campione) un film di grafite se ci fosse.

# Conclusioni e Sviluppi futuri

Le analisi condotte sui provini in grafite hanno confermato l'inefficacia del sistema di boronizzazione, almeno nella sua attuale configurazione, nel produrre un film omogeneo e uniforme su tutta la prima parete di RFX-mod.

Il film di boro depositato ha uno spessore rilevante nella posizione 2D, ovvero in prossimità dell'anodo della GDC, mentre spostandosi in direzione toroidale di soli 30° dall'anodo le analisi S.I.M.S. mostrano una deposizione e diffusione ridotta di boro all'interno dei provini in posizione 9D. In posizione 11D, a 90° da entrambi gli anodi, lo spessore del film di boro è in valore nominale dieci volte inferiore rispetto ai valori ottenuti nelle posizioni sopra descritte.

È probabilmente questa la ragione di un comportamento poco riproducibile dei parametri e delle prestazioni di plasma degli impulsi eseguiti dopo le diverse boronizzazioni: c'è il sospetto, infatti, che sia necessaria qualche decina di impulsi di plasma per ridistribuire il boro e per uniformare il comportamento della parete durante la sua interazione col plasma.

Per contrastare la disuniformità della boronizzazione sulla prima parete si potrebbe progettare di aggiungere più anodi all'interno della camera da vuoto, ma questa soluzione è dispendiosa e non risolverebbe il problema della asimmetria spaziale della deposizione. Per quanti anodi si possano aggiungere, la capacità di depositare boro sarà infatti sempre più elevata e localizzata nelle immediate vicinanze dell'anodo.

I ricercatori del Consorzio RFX hanno progettato una serie di prove con lo scopo di comprendere i fattori che determinano la non uniformità della scarica. Un esperimento molto importante è quello di eseguire la " $B_2H_6(10\%) + He(90\%) - GDC$ " in presenza di un campo magnetico toroidale di qualche mT ottenuto alimentando fino a 100A le bobine toroidali. Si ipotizza che, grazie al campo magnetico toroidale, gli ioni di boro prodotti durante la scarica riescano a percorrere buona parte della camera prima di depositarsi. Questo svincolerebbe la deposizione di boro sulle mattonelle limitrofe agli anodi e potrebbe permettere la creazione di un film uniforme e omogeneo di boro su tutta la prima parete utilizzando solo i due anodi già presenti in RFX-mod.

Per quanto riguarda la verifica sugli effetti dei trattamenti di pulitura della prima parete ( $H_2$ -GDC e He-GDC) sull'interfaccia della diagnostica 7D, l'analisi di provini in berillio al S.E.M. ha evidenziato non solo che i provini non subiscono danni, ma anche l'effetto benefico dei suddetti trattamenti che perciò svolgono un'azione di pulizia anche su materiali diversi dalla grafite.

Allo scopo di verificare le informazioni ottenute dall'analisi al S.E.M. dei provini è prevista un'analisi S.I.M.S. dei campioni di berillio così da verificare se l'immagine morfologica omogenea dei provini sottoposti ai trattamenti di pulizia derivi, invece che da una pulizia della superficie, dalla presenza di uno strato di copertura in grafite prodotto dai fenomeni di erosione e rideposizione della parete sottoposta a GDC.
## Riferimenti bibliografici

F. Gnesotto, P. Sonato, W.R. Baker, A. Doria, F. Elio, M. Fauri, P. Fiorentin, G. Marchiori, G. Zollino, The plasma system of RFX, *Fusion Engineering and Design* 25 (1995) 335-372

S. Barison, A. Canton, S. Dal Bello, S. Fiameni, P.Innocente, A. Alfier, S. Munaretto, F. Rossetto, Analysis of the interaction between plasmas and the graphite first wall in RFX-mod, *Journal of Nuclear Materials*, (2011)

S. Dal Bello, P. Innocente, M. Agostini, A. Alfier, F. Auriemma, A. Canton, L. Carraro, R. Cavazzana, G. De Masi, G. Mazzitelli, S. Munaretto, P. Scarin, D. Terranova, Lithization effects on density control and plasma performance in RFX-mod experiment

J.W. Davis, A.A. Haasz, Impurity release from low-Z materials under light particle bombardment, *Journal of Nuclear Materials*, 241-243 (1997) 37-51

M. Sakamoto, M. Ogawa, H. Zushi, K. Takaki, M. Tokitani, K. Tokunaga,
N. Yoshida, Y. Higashizono, Y. Nakashima, K. Nakamura, K. Hanada, K.N. Sato,
H. Idei, M. Hasegawa, S. Kawasaki, H. Nakashima, T. Fujiwara, A. Higashijima,
T. Shikama, S. Kado, A. Tsushima, K. Uehara, Y. Hirooka, N. Nishino,
M. Miyamoto, K. Sasaki, B. Rajendraprasad, M. Kitaguchi, K. Nakashima,
Y. Nozaki and N. Kimura, Multiscale Phenomena of Plasma-Wall Interaction in Long
Duration Discharges on TRIAM-1M

L. Tramontin, V. Antoni, M. Bagatin D. Boscarino, E. Cattaruzza, V. Rigato, S. Zandolin, Erosion, redeposition and boronization lifetime in RFX, *Journal of Nuclear Materials*, 266±269 (1999) 709±713

S.Dal Bello, A.Canton, L.Grando, P.Innocente, S.Munaretto, Wall conditioning techniques: status and perspectives, *RFX –mod programme workshop 2011*, February 7 - 9 2011

F. Ghezzi, A. Tolstogouzov, Boron deposition on the graphite tiles of the RFX device studied by secondary ion mass spectrometry, *Journal of Nuclear Materials*, 373 (2008) 402–406

E. Lazzaro, La fusione nucleare e la fisica del plasma, *ELETTRICITA' SVIZZERA ITALIANA –Giornata di studio per Docenti*, 10 ottobre 2007

## Siti internet

http://dept.bio.unipd.it/~stn/avvisi/materiali\_didattici/Materiale%20didattico%20FSE/La b.%20analisi%20dei%20sedimenti%20mediante%20ME%20a%20scansione%20-%20Peruzzo.pdf

http://www.rcp.ijs.si/mic/our\_work/applications/fusion/fusion.php

http://www2.ing.unipi.it/~dcmn/fusione/fusione.htm

## Ringraziamenti

Un sincero e sentito ringraziamento a Samuele Dal Bello e Piergiorgio Sonato per avermi dato l'opportunità di entrare in contatto con l'importante realtà Padovana che è impegnata nel campo della ricerca sulla fusione nucleare.

Ringrazio anche il Prof. Lino Conte per aver fatto da tramite tra l'Università di Padova e il Consorzio RFX.

Un caloroso grazie a tutte le persone che ho conosciuto e che mi hanno aiutato durante il tirocinio qui al Consorzio RFX, con particolare riguardo ai dipendenti del secondo piano ma soprattutto all'ufficio tecnico che mi ha accolto come mai mi sarei aspettata.

Grazie anche ad Alessandra Canton, a Fiameni Stefania e Barison Simona dello I.E.N.I. e a Umberto Casellato dell'I.C.I.S. per la loro disponibilità durante le analisi in laboratorio.

Un grazie di cuore ai miei genitori per il loro appoggio e a mia sorella Giulia, che nei momenti cruciali di questo lavoro mi è stata vicina dispensando preziosi consigli.