

钾掺杂钨合金中气相热充氘的热脱附行为

郑振华^{1,2}, 叶小球², 吴吉良², 蒋春丽², 杨飞龙¹, 桑 革^{1,2}

(1. 中国工程物理研究院 材料研究所, 四川 绵阳 612907)

(2. 表面物理与化学重点实验室, 四川 绵阳 621908)

摘 要: 钾(K)掺杂钨(W)合金已经表现了优异的高温力学性能, 成为最有希望的 PFMs 备选材料之一。为评估氢同位素在 W-K 合金中的滞留情况, 采用放电等离子烧结技术 (SPS), 制备了纯 W 及 K 含量 82 $\mu\text{g/g}$ 的 W-K 合金, 通过气相热充法引入氘 (D) 元素, 考察热脱附行为。研究表明, 气相热充氘释放温区从 600 K 延伸至 1200 K, 掺杂 K 后, D 脱附活化能从 0.86 eV 下降到 0.68 eV; 纯 W 样品 D 滞留量在 1×10^{-6} (原子比) 左右, 掺杂 K 后有所提高, 但依然大大优于商用 ITER 级纯 W。

关键词: 面向等离子体材料; 钾掺杂钨合金; 气相热充; 热脱附; 氘滞留

中图分类号: TL62⁺7

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)03-1000-07

面向等离子体材料(PFMs)作为直接面对聚变装置高温等离子体的第一壁、偏滤器等的护甲材料, 其工作环境极端苛刻, 遭受着高温、高热负荷、强束流粒子与中子辐照等的综合作用^[1]。因此, PFMs 不仅需具备优异的导热、高温力学、抗辐照损伤、低氘滞留等性能, 还应与等离子体、结构材料等具有良好的兼容性。钨以其高熔点、高热导率及高溅射阈值等优点成为目前最有前景的 PFMs 候选材料, 但纯钨存在加工难、脆性大、韧脆转变温度 (DBTT) 高以及再结晶温度 (RCT) 低等问题^[2], 需要进一步通过加工方式、成分调变等手段来改善其微观组织结构, 制备新型钨基合金材料。在现有的钨合金研究体系中, 钨钾合金呈现出优异的高温力学性能, 表现出了对聚变堆服役工作环境的潜在适用性^[3]。研究表明, 钨钾合金具有极佳的抗热冲击性能, 同时 RCT 可高达 2000 $^{\circ}\text{C}$, 较纯钨提高了近 1 倍, 而 DBTT 仍可降低至 150~200 $^{\circ}\text{C}$ ^[4], 规避了弥散强化钨基材料在提高 RCT 的同时导致 DBTT 迅速攀升的缺点^[5, 6]。然而, 在 W 基体中引入异种元素, 通常会改变内部缺陷形式, 造成氘滞留的急剧上升。从 ITER 装置的安全性出发, 氘在壁材料中的滞留量应该小于 350 $\text{g}^{[7]}$, 所以氘在材料中的滞留及相互作用机制已成为面向等离子体材料设计和选取时的重要考虑因素。

本工作选择钾掺杂钨基材料作为研究体系, 采用放电等离子烧结 (spark plasma sintering, SPS) 技术,

制备了系列烧结纯 W 及 K 含量 82 $\mu\text{g/g}$ 的晶内/晶界弥散强化的 W-K 合金。利用 SPS 烧结温度低、烧结时间短的特点, 规避了商用 W-K 合金由于长时间高温熔炼, 造成的钾泡尺寸过大 ($\sim 200 \text{ nm}$)、钾泡迁移至晶界、弥散效果不均等问题^[8], 极大提升了 W 基材料的力学性能与抗热冲击性能。为评价该材料与氢同位素的渗透滞留性能, 通过气相热充法以扩散方式引入 D 进入样品中, 采用程序升温脱附技术获得 D 热脱附谱 (TDS), 研究 W-K 合金中 D 的滞留和脱附行为。与等离子体辐照注入 D 相比, 气相热充方式更温和, 其优点是不对材料表面产生较大的损伤, 对于研究材料制备过程中的本征缺陷对氢同位素滞留效应的影响有重大意义。而且, 聚变装置运行的过程中, 不可避免的有部分氢同位素通过热扩散的方式进入第一壁材料钨中。通过 D 热脱附谱, 获得 D 与材料中缺陷的结合形式及滞留量等关键性能指标, 为评估 W-K 合金作为 PFMs 材料的适用性及进一步改进设计提供技术支撑。

1 实 验

1.1 样品制备

采用 AKS 掺杂技术, 制备钾含量 82 $\mu\text{g/g}$ 的掺杂 W 粉, 再通过 SPS 技术, 控制烧结温度和烧结时间, 获得晶内/晶界弥散强化的 K 掺杂 W 基合金^[8], 制备流程如图 1 所示。以相同的流程制备了烧结态纯 W, 和购自北京安泰天龙科技的商用 ITER 级纯 W (纯度

收稿日期: 2020-03-10

基金项目: 国家磁约束核聚变能发展研究专项 (2015GB109002)

作者简介: 郑振华, 男, 1977 年生, 博士生, 中国工程物理研究院材料研究所, 四川 绵阳 621907, E-mail: zhengzhenhua@caep.cn

优于 99.5%) 作为对比样品, 开展后续的气相热充引入 D 与热脱附实验。

W及W-K合金的最初始原料均为仲钨酸铵均为仲钨酸铵 (ammonium paratungstate, APT, 工业级, (32±8) μm), 通过煅烧得到蓝色氧化钨 (tungsten blue oxide, TBO)。

对于 W-K 合金制备, 在 TBO 粉中掺杂一定含量的硅酸钾和硝酸铝, 再进行氢气还原, 酸洗涤和干燥, 获得掺杂 AKS 钨粉。经过压制成型(棒型)、SPS 烧结 (两步烧结法, 1400 °C 保温 6 min, 在 1750 °C 保温 2 min, 烧结压力 80 MPa) 得到 K 泡尺寸适中 (20~100 nm) 且晶内/晶界弥散强化的烧结态 W-K 合金, 标记为 WK82。TBO 粉直接进行氢气还原得到 W 粉, 经过同样成型工艺得到烧结态纯 W, 标记为 PW。通过电火花线切割机切割成直径 15 mm, 厚度不同 (1、2、3 mm) 的片状样品。所有样品经双面机械抛光、超声振荡清洗 (75 W, 20 min)、无水乙醇清洗、烘干后, 在真空炉中 1000 °C (升温速率 10 °C/min) 退火 1 h, 以除去加工过程中的内应力。样品的基本性质和杂质含量见表 1^[8]。

为了验证K元素的存在形式, 进一步对W-K合金试样断口的微观组织形貌进行了SEM分析, 并对其中的某一纳米微孔进行了EDS能谱测试, 如图 2所示。可以看出, 断口中既有穿晶断裂形貌, 也有沿晶断口, 而纳米微孔弥散分布于晶界和晶内 (红色箭头所指)。EDS 结果表明, 纳米微孔中确实有K元素的富集。为了扣除背底影响, 在W基体上进行了EDS测试, 结果显示, 在基体内确实没有观察到K元素。因此, 可以证明, 在晶内和晶界弥散分布的纳米微孔就是纳米钾泡。

1.2 气相热充引入 D 实验

以气相热充的方法, 向W及W-K合金样品中引入

D。气相热充法是在浓度梯度的作用下, 高温高压的氢同位素通过表面吸附、溶解和扩散的方式进入金属材料内部, 最终达到动态平衡。热充实验装置示意图见图3, 实验方法如下:

加热钨钴床 (已饱和吸氘), 放出约600 kPa氘气

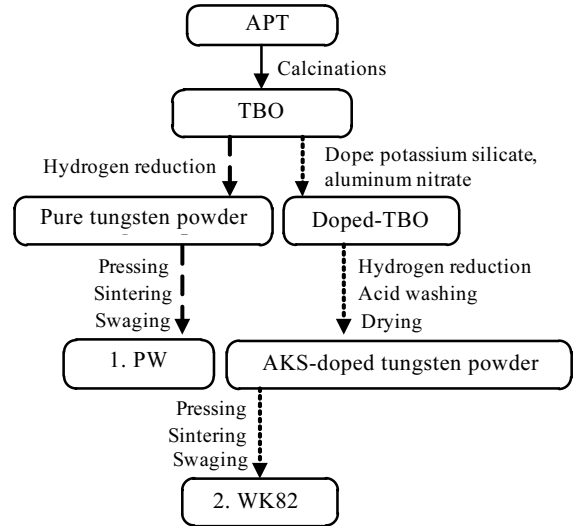


图 1 纯W及K掺杂W合金的制备流程

Fig.1 Preparation processes of pure W and K doped W-based alloy

表 1 样品的基本性质与典型杂质的元素含量

Table 1 Typical chemical impurities and basic properties of samples^[8]

Sample	Element content/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$						Densification/ %	Grain size/ μm
	Before sintering			After sintering				
	K	Al	Si	K	Al	Si		
PW	6	1	<5	-	-	-	>97	5.74
WK82	82	30	185	62	22	30	>97	3.61

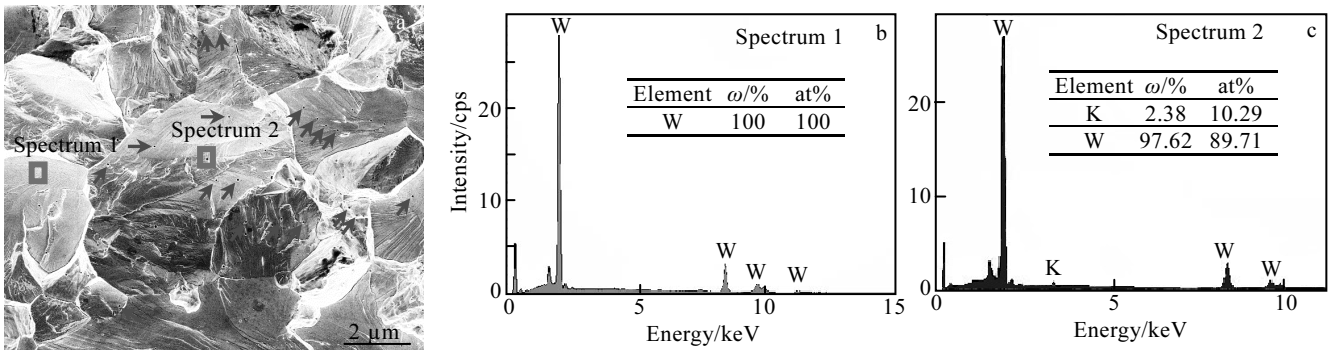
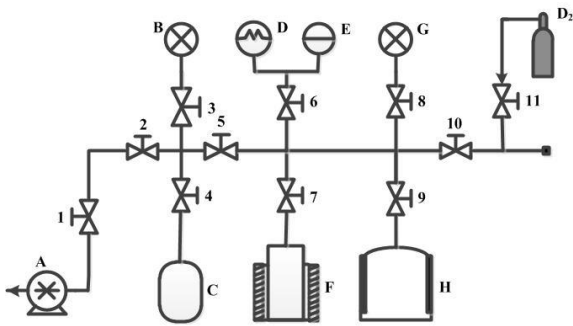


图 2 W-K 合金 SEM 照片及对应的 EDS 能谱

Fig.2 SEM morphology (a) and the corresponding EDS spectra (b, c) of W-K alloy (the red arrows in Fig.2a point to the intragranular and intergranular nanopores)



A: vacuum pump; B: pressure gauge (1×10^5 Pa); C: standard tank (716.28 mL); D: thermocouple gauge; E: diaphragm gauge (1.33×10^3 Pa); F: reactor; G: pressure gauge (1×10^6 Pa); H: deuterium storage bed with ZrCo; value 1~11: Swagelok high pressure valve (20 MPa)

图 3 气相热充装置示意图

Fig.3 Schematic diagram of gas-phase thermal charging device

存贮于标准罐 (C) 中。将样品装入反应器 (F) 后, 接入充气系统后对反应器抽真空优于 10 Pa。设置升温程序 $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, 持续对系统抽真空的同时升温至 $500 \text{ }^\circ\text{C}$, 保持 30 min。停止抽空, 通入 500 kPa 氘气, 保温 2 h 后, 采用水冷方式, 快速将反应器降低至室温。系统中剩余的氘气被锆钴床回收。因为所有样品处理的过程一致, 所以不考虑快速冷却过程中的热脱附对后续测量的影响。

1.3 热脱附实验

由于氘在钨中的溶解度低, 需要加热至较高温度才能使钨中引入的氘脱附。实验采用合肥科晶提供的 OTF 系列真空管式烧结炉, 加热温度 $1100 \text{ }^\circ\text{C}$, 升温速率在 $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 内可调。样品装于特殊定制的石英玻璃管中, 采用 S 型铂铑热电偶直接与样品接触, 提高测温度准确性。样品热脱附出的气体通过管路被四极质谱 (QM422, Pfeiffer Vacuum GmbH) 实时测量, 获得的离子流信号结合标准漏孔进行标定, 得到各含氘粒子流信号强度与漏率呈线性关系及其系数, 然后根据理想气体状态方程换算得到脱附率 F (D 原子/ $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)。

$$F = \frac{LN_A}{V_{\text{sample}}RT} \quad (1)$$

式中, L 为通过线性关系式转换后的漏率 ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$), V_{sample} 为样品的体积 (m^3), T 为温度 (K), R 为气体常数 ($8.314 \text{ J} \cdot (\text{mol} \cdot \text{K})^{-1}$), N_A 为阿伏伽德罗常量 (6.02×10^{23})。以温度为横轴, D_2 和 HD 脱附率为纵轴

作图, 可以得到 W 和 W-K 的热脱附谱。将热脱附曲线分别对时间进行积分, 可获得样品中 D 的脱附量。因热脱附过程中 D 与材料中解吸出来的 H_2 或者系统本底 H_2 在四极质谱灯丝的作用下, 发生氢同位素交换反应, 因此计算总脱附量时需考虑 HD 的贡献, 脱附特征峰温度则以 D_2 信号为依据进行数据处理。

2 结果与讨论

2.1 气相热充 D 的热脱附谱

气相热充向材料中引入氘主要受材料自身缺陷类型和分布的影响, 避免了等离子体辐照等引入方式对材料表面的改性从而改变辐照浅表层氘的滞留。以 10 和 5 K/min 升温速率对烧结 PW 和 WK82 进行程序升温脱附获得 D 的热脱附谱见图 4a 和 4b, 样品厚度分别为 1 和 3 mm。

在热充过程中, 氢同位素被钨中的各种本征缺陷捕获, 如位错、晶界、杂质原子及制备过程中产生的微空洞等, 所以在热脱附谱图中会出现 1 个或多个脱附峰, 1 个脱附峰对应 1 种类型缺陷捕获的热力学过程。由图 4a 可以看出, PW 和 WK82 的 D 热脱附峰只有 1 个, 可能是因为陷阱与 D 原子之间的结合能值较接近, 因此各个陷阱所对应的热脱附曲线相互交叠, 表现出仅仅 1 个脱附峰。降低升温速率, 从而延长脱

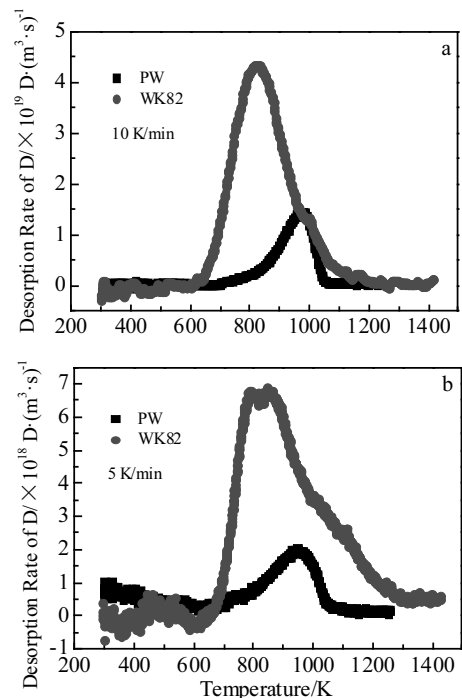


图 4 PW 处 WK82 气相热充 D 的热脱附谱

Fig.4 Thermal desorption spectra of gas phase thermal charge D for PW and WK82 at 10 K/min (a) and 5 K/min (b)

附时间可以得到较为精细的热脱附谱，如图4b，以5 K/min的升温速率获得的热脱附谱可以看到WK82存在非常接近的2个脱附峰，这表明这2种缺陷的脱附能相差不大。可以看出，气相热充D的释放温区较宽，从600 K延至1200 K，比D离子辐照的释放温区400~700 K宽得多^[9]，热脱附温度也高得多，这表明气相热充引入的D滞留深度更深，更难去除。

通常认为，固溶在纯钨内部的氘主要分为2类^[10]，一类被低温陷阱所捕获，主要是由于样品内部的位错、晶界等本征缺陷导致，其俘获能为0.85 eV；另一类则是被高温陷阱所捕获，即离子诱导陷阱，主要是样品内部的俘获能为1.45 eV的空位和氘团聚所导致。本实验W和W-K 2种样品采用同样的方法制备，因AKS粉体快速烧结导致掺杂元素K在晶内和晶界之间重新分布，K原子优先与W中的缺陷，诸如空位、位错或晶界等结合，以使系统能量降低，即所谓的“偏析”^[11]。理论计算表明，500 °C下纯W的空位形成能为3.3 eV^[12]，可得到500 °C下的空位平衡浓度约 3.3×10^{-22} ，即每 m^3 W中仅仅约 10^7 空位，远远小于 $\times 10^{-6}$ 量级的掺杂K原子数，因此K与杂质元素主要凝结在位错线上，且K的原子半径远大于W，可以起到稳定和钉扎位错的作用。位错线会吸引D原子在其附近形成Cottrell气团，形成D的陷阱，阻碍D扩散^[11]。提高温度可以引起晶体内部位错的运动并与晶界相互作用，导致位错在晶界处分解，D也随之被晶界捕获或脱附。因此，初步分析捕获D的缺陷形式很可能是材料在制备过程中固有产生的位错或晶界。这2种缺陷属于中等强度的D陷阱，在与W晶格中溶解的D达到局部平衡后，提供一定的能量条件才能够克服如图5所示的陷阱势垒 E_{dif-GB} 而沿晶界扩散并逐渐释放出来^[13]。试样越厚，D扩散出来的时间越长，因此脱特征峰温度趋向高温。在同样的样品厚度下，升温速率和特征峰温度存在对应关系，可以以此计算D的脱附活化能。

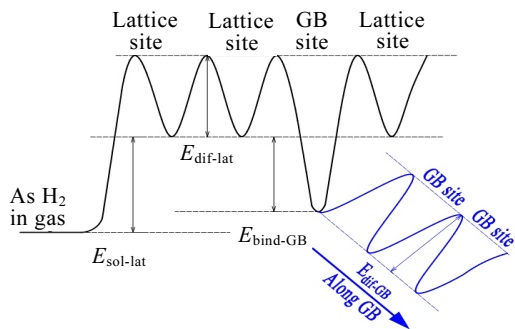


图5 Oda 设想的 H 原子的在多晶钨中的能级曲线

Fig.5 Potential energy curve for H atom assumed in poly-crystalline tungsten by Oda's study^[13]

掺杂K后，W中D的脱附特征峰温度大幅下降，峰强度大幅提高，且峰形状也有所不同，表明K掺杂虽然提高了氢同位素在W中的固溶度，但脱附温度降低，有利于在实际服役过程中采取手段降低材料中氘的滞留。

2.2 气相热充 D 的脱附活化能

图6a和6b是PW和WK82在升温速率分别为5、10、15和20 K/min下的D脱附谱。随着升温速率的增大，D的热脱附主峰向高温方向移动，且峰的强度也随着升温速率的增大而增大，2种样品趋势一致。根据样品热脱附特征峰温度变化，可以通过Arrhenius 方程式计算钨样品特征峰所对应的缺陷的氘脱附活化能。

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = \ln\left(A \frac{R}{E_a}\right) - \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} \quad (2)$$

式中， E_a 为金属中脱附原子的脱附活化能， R 为普适气体常数 ($8.314 \text{ J} \cdot (\text{mol} \cdot \text{K})^{-1}$)， β 为升温速率， T_p 为特征热脱附峰温度。根据实验结果对 $-\ln(\beta/T_p^2)$ 和 $1/T_p$ 进行线性拟合，从而求得活化能 E_a ，结果如图7所示。

由斜率 E_a/R 可得到纯W和WK82中D的热脱附活化能分别为82.5 kJ/mol (0.86 eV，与王维等采用商用安泰W进行气相热充D的实验结果0.80 eV较为一致^[14])和65.3 kJ/mol (0.68 eV)，都远小于D与空位

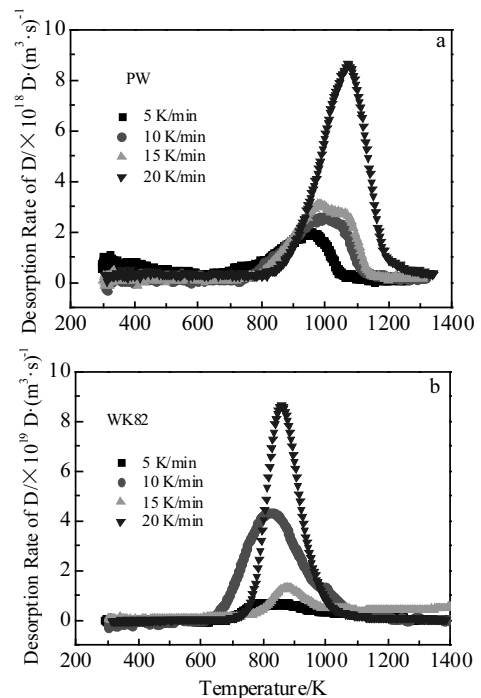


图6 不同升温速率下的PW和WK82热脱附谱

Fig.6 Thermal desorption spectra of PW (a) and WK82 (b) at different heating rates

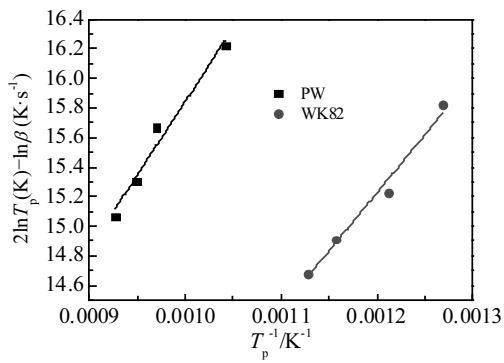


图 7 最小二乘法拟合获得 D 原子的脱附活化能

Fig.7 Activation energy of thermal desorption based on least square method fitting

的结合能, 进一步表明气相热充方式下 D 很可能是被制备过程中形成的位错或晶界所捕获。掺杂 K 后, 脱附活化能降低, 表明杂质原子 K 在晶内晶界的弥散分布, 起到了细化晶粒的作用。为了证明这一点, 单独对纯 W 及 W-K 合金断口形貌进行了表征对比, 如图 8 所示。可以看出, 在 K 原子的影响下, W-K 合金的平均晶粒尺寸的确显著小于纯 W。在本研究中, 2 种材料的烧结制备条件完全一致, W-K 合金的制备所采用的 AKS 钨粉, 掺杂组元为硅酸钾和硝酸铝。在烧结过程中, 这 2 个组元会发生分解, 在基体内留下游离的 K。由于烧结温度较高, K 元素内能显著增大, 在晶界和晶内产生迁移和团聚, 形成钾泡, 而其他杂质则沿晶界向试样表面逃逸挥发。正是游离 K 以及其他杂质在晶界上的迁移, 再加上烧结时间较短, 使得 W-K 合金晶粒无法显著长大, 从而形成了图 8b 所示的细晶形貌。

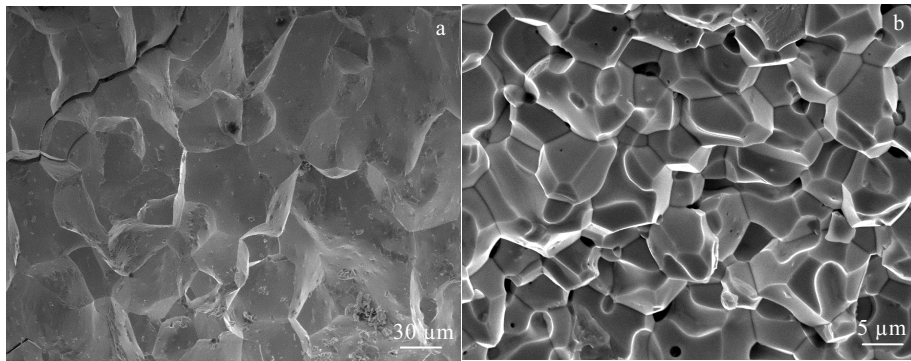


图 8 纯 W 及 W-K 合金断口形貌

Fig.8 Fracture morphologies of pure W (a) and W-K alloy (b)

掺杂导致位错和晶界的数量增加, D 沿位错或晶界发生管道扩散的速率提升, 扩散迁移能下降, 从而脱附活化能下降, 宏观表现为脱附特征峰下降了 100 K 左右。

2.3 气相热充 W 及 W-K 合金中的 D 滞留量

样品形态对滞留量影响很大。表 2 是不同厚度的 WK82 样品的 D 滞留情况, 并与未烧结的粉态样品做了对比。由于粉末的比表面积远大于块体样品, 且扩散到体相的距离小得多, 因此滞留量远大于块体样品。提高材料的抗辐照性能以减少粉末的产生, 可以有效降低聚变装置中的 D/T 滞留。块体样品因为扩散距离存在明显的浓度梯度, 随厚度增加滞留量急剧降低, 可以得到 90% 以上的 D 都分布在距表面 2 mm 以内。

图 9 是厚度 2 mm 样品的 WK82 合金在不同升温速率下的 D 脱附量, 基本在 $10^{22} \sim 10^{23}$ D/m³ 量级, 与目前正在研发的掺杂 0.5%ZrC、V-Ta-Ti-Cr 元素及

表 2 不同厚度 WK82 样品的 D 滞留量

Table 2 D retention of WK82 samples with different thickness

Sample	D atom retention of WK82/D·m ⁻³
Powder (1~5 μm)	1.52×10^{24}
φ9 mm×0.3 mm	58.7×10^{22}
φ15 mm×1 mm	15.8×10^{22}
φ15 mm×2 mm	11.1×10^{22}
φ15 mm×3 mm	3.14×10^{22}

Y₂O₃ 的钨基材料大致相当^[15]。除以单位体积的 W 原子数, 可以得到 5、10 和 20 K/min 的升温速率下 D 在 WK82 中的滞留原子比分别为 1.86×10^{-6} 、 1.75×10^{-6} 和 1.40×10^{-6} 。可以看出, 不同升温速率的 D 脱附量不同, 随着升温速率增大, WK 中 D 的热脱附总量逐渐减少, 升温速率 5 K/min 的效率最高。这表明升温速率越快, 温度区间内 D 的脱附时间越短, 一部分滞留的 D 还来不及脱附。

2 mm 厚的烧结 PW 在 10 K/min 下 D 脱附量为 4.26×10^{22} D/m³ (原子比 0.67×10^{-6}), 较商用安泰的 ITER 级纯 W (标记为 CPW, 脱附量 2.27×10^{23} D/m³, 原子比 3.6×10^{-6}) 大幅下降, 可见制备方式对滞留量的影响很大。SPS 快速烧结方式可以有效降低常见的高温熔炼制备过程中的缺陷数量, 导致滞留量下降。即使掺杂 K 后滞留量有所增加, 依然大大低于商用纯 W (CPW)。

另外, 随着升温速率的升高, D₂ 的脱附量上升而 HD 的脱附量下降, 与 Zibro 等^[16]结果一致, 表明样品表面吸附的杂质气体 (氢、水) 与脱附的 D 发生了氢同位素交换, 在低升温速率下该效应更加显著。因此, 氢同位素交换结合热解吸法可能是一种去除钨基合金中氢同位素滞留的有效手段, 值得深入研究。

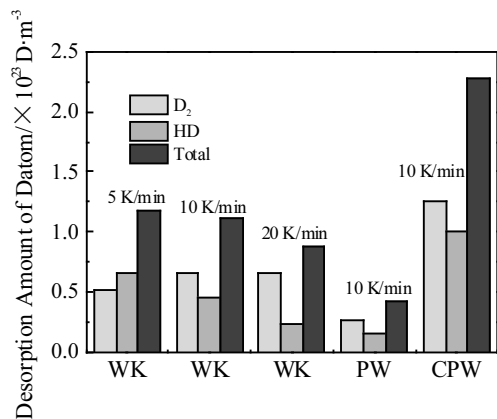


图9 厚度 2 mm 的 W 及 W-K 合金中 D 的脱附总量

Fig.9 Desorption amount of D atom in W and W-K alloy with thickness of 2 mm

3 结论

1) 气相热充 D 的释放温区较宽, 从 600 K 延伸至 1200 K, 特征脱附峰温度也较离子辐照高得多, 这表明气相热充引入的 D 滞留深度更深, 更难去除。

2) 块体样品因为扩散距离存在明显的浓度梯度, 随厚度增加滞留量急剧降低, 90% 以上的 D 都分布在距表面 2 mm 以内。

3) 掺杂 K 后, W-K 合金中 D 的脱附特征峰温度大幅下降, 其脱附活化能由纯 W 的 0.86 eV 降低为 0.68 eV, D 可能由材料制备过程中产生的位错或晶界捕获。

4) 气相热充 D 在 SPS 烧结制备的纯 W 和 W-K 合金中的滞留量均在 1×10^{-6} (原子比) 左右, 低于商用 ITER

级纯 W; K 掺杂提高了 D 在 W 中的固溶度, 但脱附温度大幅降低, 有利于在实际服役过程中对材料中滞留氢同位素进行去除。

5) 采用 SPS 烧结技术制备的纯 W 及 W-K 合金在氢同位素滞留性能方面有了明显提升, SPS 烧结技术及 W-K 合金可为 PFMs 材料的制备工艺及材料选型提供重要参考。

参考文献 References

- [1] Sharafat S, Takahashi A, Nagasawa K *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 389: 203
- [2] Zhu Lingxu(朱玲旭), Guo Shuangquan(郭双全), Zhang Yu(张宇) *et al.* *Materials Reports(材料导报)*[J], 2011, 25(8): 42
- [3] Yang Xiaoliang, Qiu Wenbin, Chen Longqing *et al.* *Tungsten*[J], 2019(1): 41
- [4] Pintsuk G, Uytendhouwen I. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2010, 28: 661
- [5] Veleva L, Oksiuta Z, Vogt U *et al.* *Fusion Engineering and Design*[J], 2009, 84: 1920
- [6] Rieth M, Dafferner B. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2005, 342: 20
- [7] Wright G M, Kleyn A W, Alves E *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 390-391: 610
- [8] Huang Bo(黄波). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Chengdu: Sichuan University, 2016
- [9] Taylor C N, Shimada M, Merrill B J. *Nuclear Materials and Energy*[J], 2017, 12: 689
- [10] Ogorodnikova O V, Roth J, Mayer M *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2003, 313: 469
- [11] Priester L. Translated by Jiang Shuyong(江树勇), Zhang Yanqiu(张艳秋). *Grain Boundaries and Crystalline Plasticity(晶界与晶体塑性)*[M]. Beijing: China Machine Press, 2015
- [12] Wang Fuxing(汪复兴). *Metals Physics(金属物理)*[M]. Beijing: China Machine Press, 1981
- [13] Oda T. *Fusion Engineering and Design*[J], 2016, 112: 102
- [14] Wang Wei(王维). *Thesis for Master(硕士论文)*[D]. Chengdu: Sichuan University, 2018
- [15] Wang Yifan(王一帆). *Thesis for Master(硕士论文)*[D]. Chengdu: Xihua University, 2019
- [16] Zibro M, Ryabtsev S, Gasparyan Y *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2016, 477: 292

Thermal Desorption Behavior of Deuterium by Gas-phase Thermal Charge from Potassium Doped Tungsten Alloy

Zheng Zhenhua^{1,2}, Ye Xiaoqiu², Wu Jiliang², Jiang Chunli², Yang Feilong¹, Sang Ge^{1,2}

(1. Institute of Materials, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621907, China)

(2. Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Mianyang 621908, China)

Abstract: As the most promising plasma facing materials (PFMs), potassium doped tungsten alloy exhibits excellent high temperature mechanical properties. In order to evaluate the hydrogen isotope residence in WK alloy, the pure W and the WK alloys doped with 82 $\mu\text{g/g}$ potassium were prepared by spark plasma sintering (SPS). After deuterium was introduced into potassium doped tungsten alloy by gas-phase thermal charge, thermal desorption spectra (TDS) were obtained at different heating rates. The results show that deuterium release occurs gradually at 600~1200 K. And after doping K, the activation energy of thermal desorption of deuterium reduces from 0.86 to 0.68 eV. The retention of deuterium in tungsten sample is less than 1×10^{-6} (atom ratio) and it is enhanced with doping K, but still lower than that of commercial pure W alloy.

Key words: plasma-facing materials; potassium doped tungsten alloy; gas-phase thermal charge; thermal desorption; deuterium retention

Corresponding author: Sang Ge, Ph. D., Researcher, Institute of Materials, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621907, P. R. China, Tel: 0086-816-3626483, Email: hinice_zzh@sina.com