

# HT-7 托卡马克中锂第一壁研究的先行试验

左桂忠 胡建生\* 罗南昌 李建刚 张凌  
(中国科学院等离子体物理研究所 合肥 230031)

## Bench Test of Lithium First Wall in HT-7 Tokamak

Zuo Guizhong, Hu Jiansheng\*, Luo Nanchang, Li Jiangang, Zhang Ling  
(Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China)

**Abstract** The movable lithium limiter was proposed for the HT-7 superconducting Tokomak for the purpose of suppression of plasma impurities, reduction of particle recycling and performance improvement of the plasma. The temperature dependence of its physical properties, such as melting, volatilization, and deposition as well as their interdependence was bench tested to optimize the operating conditions. The results show that the temperature strongly affects the melting, volatilization, and deposition of lithium, and that lithium films have strong gettering capability. For instance, at a temperature below 300°C, volatilization of Li is negligible, however, as the temperature rises up from 300°C to 360°C, volatilization rate rapidly increases, peaking at 370°C. The 300 nm thick Li film, deposited by evaporation or by plasma discharge, considerably getters the vacuum system because of its strong surface absorption. We suggest that Ar protection and low temperature be necessary when lithium is used as the moveable limiter in HT-7 Tokomak.

**Keywords** Li, First wall, Plasma, HT-7 Tokamak

**摘要** 为了抑制等离子体杂质和减少粒子再循环,获得高品质的等离子体,HT-7 超导托卡马克将进行锂限制器实验。为此需要在实验台上开展一些先行试验,以掌握锂材料操作的关键工艺;在加热和直流辉光放电下,借助光谱仪及膜厚仪得到温度与锂熔化、挥发、沉积之间的关系。实验表明在锂温度低于 300°C 的情况下,锂挥发不明显;从 300°C 到 360°C,挥发速度逐渐加快;当锂温度高于 370°C,锂挥发急剧增加。利用蒸发镀膜和直流辉光放电等离子体镀膜,在真空室壁沉积了约 300nm 的锂膜,装置真空明显改善,表明锂膜对各种气体有很强的吸附和抑制作用。实验表明锂是托卡马克装置第一壁的理想材料之一,可以用于抑制等离子体中杂质,降低氯同位素再循环,提高等离子体性能。采用锂作为 HT-7 限制器,有必要在安装过程中采用氩气保护,以避免锂的氧化,同时在实验期间应避免锂限制器温度过高,以防止锂的快速蒸发。

**关键词** 锂材料 第一壁 等离子体 HT-7 托卡马克

中图分类号:TB741 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1672-7126.2010.03.12

杂质抑制和粒子再循环的控制是托卡马克运行的重要课题。等离子体中杂质主要来源于等离子体与壁相互作用,而杂质的存在将会引起杂质辐射,影响等离子体温度的分布及等离子体能量平衡过程,导致等离子体能量的大量损失;高的原料粒子再循环将会导致等离子体密度难以控制,等离子体约束变差,所以聚变装置第一壁材料的选择及其表面状态的控制是能否获得高约束性能等离子体的关键之一。目前的托卡马克装置,需要通过等离子体第一壁材料的选择、器壁处理(如清洗、镀膜)等限制等离

子体中的杂质,降低再循环,改善等离子体的约束,获得高品质的等离子体。为了承受高温等离子体的轰击,获得尽可能低的杂质浓度,降低杂质辐射能量损失,第一壁材料应具有低原子序数、高熔点、低放气率、高耐热冲击、低溅射等性能的材料<sup>[1]</sup>。

锂是原子序数最低的金属,具有很好的耐热冲击性,液态锂表面在被腐蚀的情况下具有很好的自我修复能力;锂化学性质活泼,能与很多气体反应,对多种气体具有很强的物理和化学吸附能力,是托卡马克装置第一壁的理想材料之一,可以用于抑制

收稿日期:2009-05-18

基金项目:国家自然科学基金项目(No.10705030)部分支持

\*联系人:研究员,(0551)5591353

等离子体中杂质,降低氢同位素再循环,提高等离子体性能。目前,在国内外很多托卡马克磁约束装置上开展了大量以锂为第一壁的实验,如在 FTU, CDX-U, DIII-D, TJ-II, HL-1M 开展的通过蒸发及等离子体镀膜的方法将锂涂覆在第一壁上的锂化实验,或者将锂直接作为面对等离子体材料的锂限制器实验,取得了大量令人鼓舞的实验结果。

在 FTU 装置上锂化实验表明,锂化后等离子体能量辐射比硼化后等离子体能量辐射降低了 50%,环电压减少 10%;在锂化及硼化后等离子体能量约束时间比金属壁情况下提高 1.3 倍;同时锂化也有效地降低了氢的再循环<sup>[2-4]</sup>。CDX-U 采用锂限制器时,O, C 杂质辐射大幅降低,粒子再循环降低,等离子体环电压降低,等离子体电阻减小,等离子体电流增大<sup>[5-6]</sup>。DIII-D 锂化壁处理对减少氧含量,避免大电流(>2.2 MA)情况下的锁模有明显效果,并且大电流等离子体放电情况下的不易发生破裂放电,有利于大电流放电<sup>[7]</sup>。TJ-II 锂化壁处理实验表明,粒子再循环降低,杂质得到有效的抑制,锂化壁处理更有利于中性束注入(NBI)等离子体放电<sup>[8]</sup>。HL-1M 通过锂化壁处理,有效地减少了等离子体中的碳、氧杂质含量;锂化后,等离子体能量辐射损失较硅化壁处理后平均降低 30% ~ 50%<sup>[9-10]</sup>。HT-7 锂硅混合涂覆壁处理实验后,杂质含量明显降低,等离子体性能显著提高,并且锂硅混合涂覆壁有更长的寿命<sup>[11]</sup>。

HT-7 超导托卡马克是一个中型的聚变装置,第一壁材料一直是研究的重点之一。尤其在使用了铜热沉水冷石墨限制器后<sup>[12-13]</sup>,等离子体性能大幅提高,等离子体放电时间更长<sup>[14-15]</sup>。但是,等离子体运行中仍然存在大量杂质,以及在石墨材料或者再沉积层中由于粒子滞留所导致高的再循环,所以需要尝试新的第一壁材料——锂材料。为了进一步在 HT-7 及 EAST 装置上开展锂化或者锂限制器实验,掌握锂材料操作与锂在器壁上沉积的关键工艺,研究加温与锂熔化,锂挥发之间的关系,测试锂的沉积与分布,探讨锂对残余气体的吸附作用,开展了锂限制器的台面实验,为其在 HT-7 或 EAST 装置上应用提供数据积累和技术支持。

## 1 实验装置与条件

如图 1 所示,图中 1 为锂槽(热沉);2 为样品架及不锈钢、硅样品;3 为观察窗口;4 为光谱仪;5 为

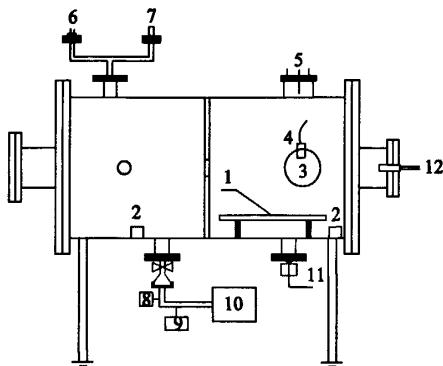


图 1 锂限制器实验系统

Fig. 1 Schematic diagram of the experimental system of the lithium limiter

加热电极、辉光电极;6 为 ZJ-10 规管;7 为充气阀;8 为 SRS-RGA200 质谱仪;9 为检漏仪;10 为涡轮分子泵机组;11 为热电偶;12 为膜厚仪。不锈钢锂槽(面积 150 mm × 300 mm)水平放置在圆筒状的不锈钢真空室中,锂槽内放置着一块长、宽、厚度分别为 290, 130, 3 mm 的锂片(纯度 99.9%)。实验通过嵌在锂槽背面的加热丝对锂进行加热,通过分布在锂槽背面的 5 个热电偶适时测量锂的温度;抽气系统由一台涡轮分子泵机组(抽速 110 L/s)组成;ZJ-10 规管用来测量真空室内总压强的变化;气体成分分析仪(SRS-RGA200 质谱仪)通过约 1 m 长的管道(Φ40 mm)与真空室相连,以防止锂的污染;实验中可以直接通过观察窗口用眼睛观测锂的状态变化;膜厚仪、样品用来对锂的沉积镀膜进行研究。辉光放电的阳极与两个加热电极安装在同一个法兰上,另一电极接装置。辉光放电主要用于在锂蒸发时形成等离子体,进行辉光放电等离子体镀膜。

## 2 实验步骤

在完成系统清洗、安装和检漏后,加热真空室外壁,在壁温为 150℃ 时抽气 12 h, 真空度达  $5 \times 10^{-4}$  Pa 后, 分别对锂测试限制器进行四次不同条件下的加热实验。第一次只对热沉加热, 加热时间约 3.5 h, 温度上升到 400℃, 测试加热系统。随后, 在充入的氩气保护下, 用胶皮手套将锂块装入不锈钢锂槽, 进行第二次加热, 经过近 3 h 加热到 230℃, 观察锂熔化过程。冷却后第三次对锂加热, 同时开启光谱和膜厚仪, 分别在 100, 150, 170, 196, 226, 250, 300, 340, 370℃ 时对真空室充氦气进行辉光放电(300 V, 0.5 A), 最终加热到 380℃。降温后, 取出样品, 更换

锂、样品,根据前面实验结果,进行第四次加热,加热锂到340℃,维持约3 h,测量锂在340℃的镀膜厚度与速度,为托卡马克实验提供参考。最后对实验中所用样品进行扫描电子显微镜法(SEM)、X射线光电子光谱法(XPS)分析。

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 锂的熔化温度与锂的保护

为了测试锂的熔化温度,判断锂熔化后锂在热沉上的状态,利用玻璃观察窗对锂的熔化过程进行监视,发现热沉加热到约190℃时锂开始熔化,约230℃时熔化完毕。打开装置后,在充入氩气保护的情况下,锂块仍然保持金属光泽,如图2(a)所示,说明在安装和加热过程中,锂没有被明显氧化。但如果在未被氩气保护的情况下打开装置,锂将被快速的氧化,并在十几秒内失去光泽,颜色将变为灰色,如图2(b)所示。

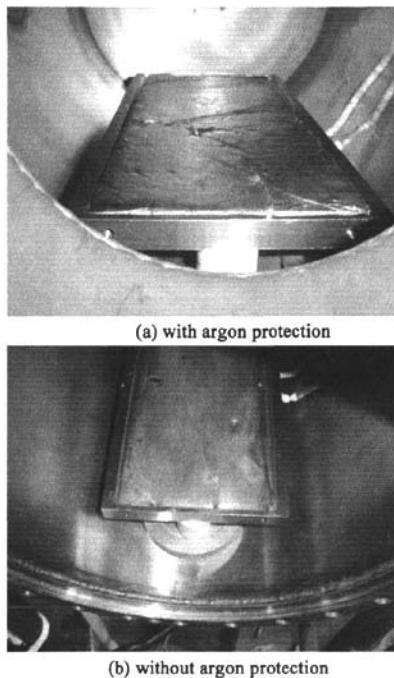


图2 锂的表面状态  
Fig.2 The surface of lithium

另外,还发现锂熔化后,在热沉中间的锂比边缘的锂高,锂主要集中在热沉中间,表明液态锂表面张力很大,这对HT-7装置中锂限制器实验是有利的,大的表面张力可以抵抗电磁力等破坏性力。同时发

现锂可以完全与不锈钢热沉焊接到一起,满足其在HT-7装置内使用的电接触和热接触的要求。

由于锂具有非常强的化学活性,非常容易与空气中氧、氮等发生反应,需要在安装中严格采用氩气进行保护。

#### 3.2 锂对残余气体的抽除

如图3所示,在加热过程中,由于材料的出气,当增加调压器电压时,总压强增加,一段时间后减小,由于实验中调压器电压是阶段式逐渐增加的,故图3中压强曲线呈波纹状上升,特别是第一次加热实验(仅加热不锈钢热沉到400℃)的总压曲线更明显。第三次加热实验(同时加热热沉和锂,并进行间断辉光,最终加热到380℃)的温度曲线也呈波纹状,温度曲线下降的点就是开始辉光的点,此时调压器电压调零,加热停止,然后开启辉光,当辉光完成后,重新开始加热,锂的温度又将升高,故温度曲线呈波纹状;在氦辉光放电过程中,由于充气气压比较高,为防止规管损坏,停止压强测量。

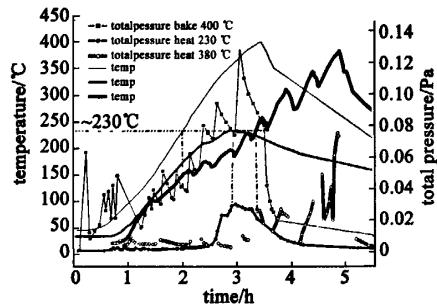


图3 三次加热实验中温度、总压强随时间变化关系

Fig.3 Time evolution of temperature and the total pressure in three heating experiments

图3中虚线画出温度约230℃时三次加热所对应的真空总压强:第一次仅加热热沉,在230℃时,总压为 $3.9 \times 10^{-2}$  Pa,总出气率约为0.3 Pa·L/s;第二次同时加热热沉和锂到230℃,在230℃时,总压为 $2.9 \times 10^{-2}$  Pa,总出气率约为0.22 Pa·L/s;第三次同时加热热沉和锂,并进行间断辉光,在230℃时总压为 $2.5 \times 10^{-2}$  Pa,总出气率约为0.19 Pa·L/s。这说明锂对残余气体的吸附效果明显,可以很大程度改善真空状况;同时说明在辉光等离子体放电条件下所镀的锂膜,对气体有更好的吸附作用,对壁的出气也能起到很好的抑制作用。

在第四次加热实验(同时加热热沉和锂,最终加

热到 340℃, 并维持约 3 h) 中, 温度从 181℃ 升高到 232℃, 总压强几乎维持不变约  $7.0 \times 10^{-2}$  Pa, 这是锂片的熔化过程; 随后, 真空开始变差, 氢、氧、水、二氧化碳等分压都增大; 当温度达到 255℃ 时, 虽然总压继续增加, 然而在真空泵口质谱室测得的氢、氧、水、二氧化碳分压迅速下降; 当温度达到 270℃, 总压达到峰值 (0.27 Pa), 并开始下降。这说明约 230℃ 左右锂的挥发开始加快, 在锂挥发过程中释放一定量的气体 (包括锂蒸气); 当温度继续升高, 锂快速挥发并镀膜, 从锂材料中释放气体减少, 同时由于锂膜的吸附, 器壁的出气率也大幅减小。

图 4 中的总压、分压分别由 ZJ-10 规管、质谱仪所测。总压远大于各分压之和, 主要是由于质谱仪是通过 1m 长波纹管与主真空室连接。挥发的锂蒸气在长管道中凝结, 质谱仪很难探测到锂蒸气; 另外在抽气过程中, 由于波纹管的流导比较小, 只有 7.7 L/s, 而泵的抽速为 110 L/s, 根据气体动态平衡, 主真空室压强将是质谱室的压强的 14 倍。

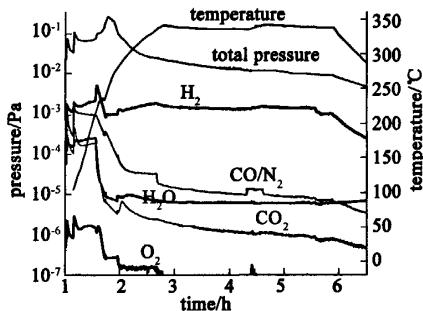


图 4 第四次加热实验中压强、温度变化曲线

Fig.4 Time evolution of the pressure and temperature in the fourth heating experiment

图 5 给出了第二次加热实验 (初始温度 30℃, 加热时间约 3 h, 同时加热热沉和锂, 最终加热到 230℃) 及第三次加热实验 (初始温度 20℃, 加热时间约 4.5 h, 同时加热热沉和锂, 并进行间断辉光, 最终加热到 380℃) 前后各气体成分的关系。第二次加热后, 当温度降低到 105℃ 时, 氢、水含量分别降到实验前的 33.7%, 42.9%, 如图 (图 5(a)) 所示。第三次加热实验后, 当温度降低到 100℃ 时, 氢、水含量分别降到实验前的 6%, 10%, 二氧化碳、一氧化碳等含碳气体几乎降到零, 如图 (图 5(b)) 所示。这说明锂可以有效的吸附各种气体, 尤其对氢、碳、氧的吸附作用更明显, 可以作为很好的“捕气剂”;

同时验证了, 借助辉光等离子体放电所镀的锂膜对真空的有显著的改善作用。

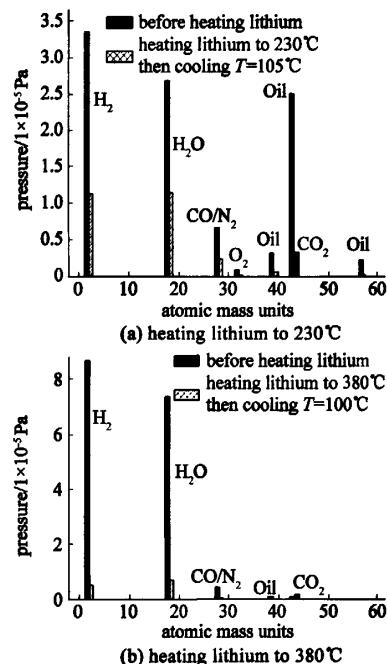


图 5 加热锂前后各气体成分变化

Fig.5 The contents of gas before and after heating lithium

### 3.3 膜厚与镀膜速度

在第三次加热实验中, 通过锂蒸发及等离子体辉光放电实现镀膜, 膜厚仪用来测量锂膜厚度及锂镀膜速度。在充 He 进行辉光放电时, 锂将被部分电离, 镀膜速度加快, 同时 He 离子对器壁上形成的锂膜也会进行清洗, 这两种过程将反复进行, 膜厚仪测量的镀膜厚度、镀膜速度表现为“噪音”, 如图 6 所示。镀膜速度主要正比于锂挥发速度, 所以通过对锂镀膜速度的分析, 可以反映出锂的挥发速度。在温度低于 300℃ 的情况下, 锂挥发不明显; 从 300℃ 到 360℃, 挥发速度逐渐增加; 当温度超过 370℃, 锂挥发急剧增加, 镀膜很快过量程 ( $> 99.9$  nm/s), 玻璃窗口很快被镀上一层膜而变白。在第四次加热实验中, 通过锂蒸发实现镀膜, 温度维持约 340℃ 时, 镀膜速度  $0.02 \sim 0.04$  nm/s, 通过 3 h 的镀膜, 膜厚达到约 300 nm。

锂线的强弱能反映锂的挥发情况和电离程度。在第三次加热实验过程中, 每次辉光放电的同时, 开启光谱仪, 光谱信号如图 7 所示。在 170℃ 时, 开始发现微弱的锂线, 说明锂开始挥发; 在 226℃ 和

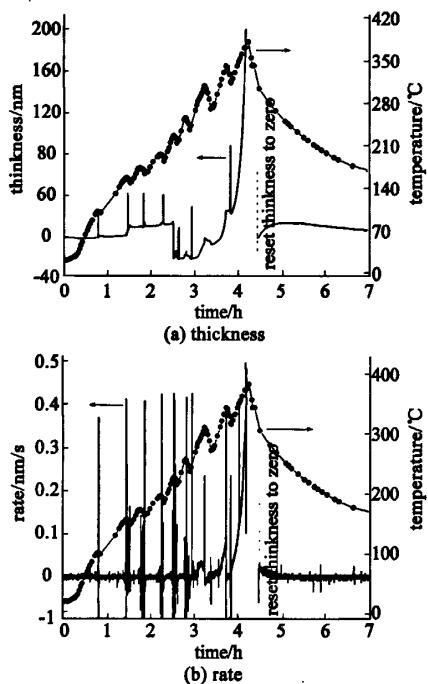


图 6 镀膜厚度、镀膜速度变化曲线

Fig. 6 Thickness and rate of film coating in heating lithium

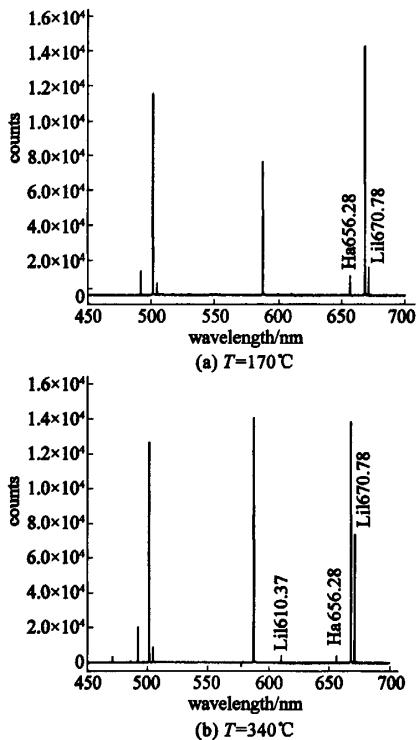


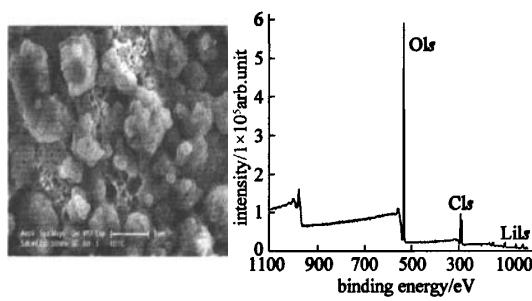
图 7 不同温度下的光谱信号

Fig. 7 Spectra signal at different temperatures

340°C时,LiI线较强,同时在340°C时,还可以看到LiII线,说明在这两个温度下,锂的挥发量相对较大;在370°C时,光谱信号较弱,这是由于锂的挥发、镀膜较快,玻璃窗口很快被镀上一层膜,窗口透光微弱,故光谱信号较弱。

### 3.4 样品分析

实验结束,打开装置后观察到,在锂槽端的侧壁、顶壁上镀上一层灰白色的锂膜,而底壁及另一端真空室壁仍然是不锈钢的颜色;打开装置后约5 s白色镀膜快速变黑。通过对不锈钢、硅样品的分析(SEM)得到:锂限制器一侧的样品镀膜不均匀、疏松;而远离限制器的样品镀膜较均匀;镀膜时间长(加热到340°C维持3 h的第四次加热实验),镀膜更均匀、更厚,厚度约300 nm;膜呈颗粒状,能观察到蜂窝样的小孔,见图8(a)。通过对样品膜的表面成分分析(XPS),得到样品表面三种元素含量的相对摩尔百分比:氧52.13%、锂22.95%、碳约25%,见图8(b)。说明锂膜的表面被严重氧化,发生了一系列的化学反应,生成了锂的氧化物、氢氧化物、以及含碳化合物,形成了具有颗粒状,能观察到蜂窝样小孔的表面结构。



(a) surface profile of the sample analyzed by SEM (b) component analysis of the sample by XPS

图 8 样品分析(a)SEM 表面形貌分析(b)XPS 成分分析

Fig. 8 The results of sample analysis

## 4 实验总结

通过台面实验,基本掌握锂材料操作的关键工艺,验证了锂对多种气体具有很强的物理和化学吸附能力,可以作为很好的“捕气剂”。实验证明,锂化学性质非常活泼,在即将进行的HT-7锂限制器实验中,需要在装入锂的过程中严格采用氩气进行保护。为保证HT-7锂限制器实验为液态锂实验,同时又不引起锂的大量挥发,实验中需要把锂的温度控制在230~360°C。实验也表明,利用蒸发镀膜和直流辉

光放电等离子体镀膜能有效改善真空。蒸发镀膜区域主要集中在蒸发源附近,而辉光等离子体放电镀膜比较均匀,所以在 HT-7 或 EAST 托卡马克装置上进行锂涂覆壁处理实验时,可以采用辉光等离子体放电的方法,通过维持锂的加热温度在 340℃左右,增加镀膜时间,使得锂膜更均匀、更厚,从而实现更好、更长的壁处理效果。

这些实验结果说明锂是托卡马克装置第一壁的理想材料之一,可以抑制等离子体中杂质,降低氢同位素再循环,提高等离子体性能。通过这次实验,我们将为 HT-7 实验设计活动液态锂限制器,并对其运行提供参考。预计不久在 HT-7 装置上的实验会获得更有效的数据,将为聚变装置第一壁问题的解决提供一个有效的途径,同时为 ITER 及未来的聚变能的利用奠定基础。

**致谢:**在实验过程中,万宝年研究员、张晓东研究员、高翔研究员及美国普林斯顿大学 Leonid E. Zakharov, Dick Majeski, Bob Kaita, John Timberlake 给予大量有益讨论和指导,在此一并表示感谢。

#### 参 考 文 献

- [1] 朱士尧.核聚变原理[M].合肥:中国科学技术出版社,1992:280~320
- [2] Apicella M L, Mazzitelli G, Lazarev V B, et al. Fusion Engineering and Design, 2005, (7579):351~355
- [3] Pericoli-Ridolfini V, Apicella M L, Mazzitelli G, et al. Plasma Phys Control Fusion[J], 2007, 49:123~135
- [4] Vertkov A, Luryblinski I, Evtikhin V, et al. Fusion Engineering and Design[J], 2007, 82:1627~1633
- [5] Kaita R, Majeski R, Boaz M, et al. Journal of Nuclear Materials[J], 2005, (337~339):872~876
- [6] Majeski R, Jardin S, Kaita R, et al. Nucl Fusion[J], 2005, 45:519~523
- [7] Jackson G L, Lazarus E A, Navratil G A, et al. Journal of Nuclear Materials, 1997, (241~243):655~659
- [8] Sánchez J, Tabarés F L, Tafalla D, et al. Impact of Lithium-Coated Walls on Plasma Performance in the TJ-II Stellarator [J]. Journal of Nuclear Materials, 2009, (390~391):852~857
- [9] 张年满,王恩耀,王明旭,等.HL-1M 装置第一壁的硅化和锂涂覆[J].核聚变与等离子体物理,1998,18(A07):67~72
- [10] 王明旭,张年满,王志文,等.HL-1M 装置内壁锂化实验进展[J].真空与低温,2001,7(1):7~10
- [11] Chen J L, Li J G, Wan B N, et al. Journal of Nuclear Materials[J], 2003, (313~316):140~143
- [12] 陈长琦,窦仁超,胡建生,等.全超导托卡马克第一壁石墨材料的放气特性研[J].真空科学与技术学报,2009,29(2):198~203
- [13] 胡建生,李建刚,曾敏,等.HT-7U 石墨材料在 HT-7 超导托卡马克装置的先行实验[J].真空科学与技术学报,2001,21(3):245~249
- [14] Hu J S, Li J G, Zhang X D, et al. Fusion Eng Des[J], 2004, 72:377~390
- [15] Hu J S, Li J G, Zhang X D, et al. Fusion Eng Des[J], 2005, 73:119~125
- [16] 达道安.真空设计手册[M].第3版.北京:国防工业出版社,2004:98~120