

04.2;13.1;13.3;15.2

## Масс-спектрометрический контроль процесса очистки и дегазации защитных графитовых плиток токамака Глобус-М2

© Н.Н. Аруев, А.Н. Новохацкий, П.А. Романов, Н.В. Сахаров, С.В. Филиппов, П.Б. Щёголев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: aruev.mass@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 17 марта 2023 г.

В окончательной редакции 22 мая 2023 г.

Принято к публикации 22 мая 2023 г.

С помощью специально созданного времяпролетного масс-рефлектрона с нагревательным элементом внутри прибора, позволяющим нагревать твердые образцы и анализировать выделяющиеся из них газы, исследованы защитные графитовые плитки, покрывающие практически всю обращенную к плазме поверхность вакуумной камеры токамака Глобус-М2. Масс-спектрометрический анализ позволил определить состав выделяющихся газов, оценить их количества и таким образом количественно охарактеризовать качество очистки и дегазации плиток. Показано, что в результате примененного способа обработки плиток в разы уменьшилось содержание легкого изотопа водорода (протия), воды, окиси и двуокиси углерода, а также практически до нуля снизилось содержание дейтерия и изотопов гелия.

**Ключевые слова:** защитный графитовый слой, времяпролетный масс-рефлектрон, масс-спектр, токамак.

DOI: 10.21883/PJTF.2023.14.55824.19559

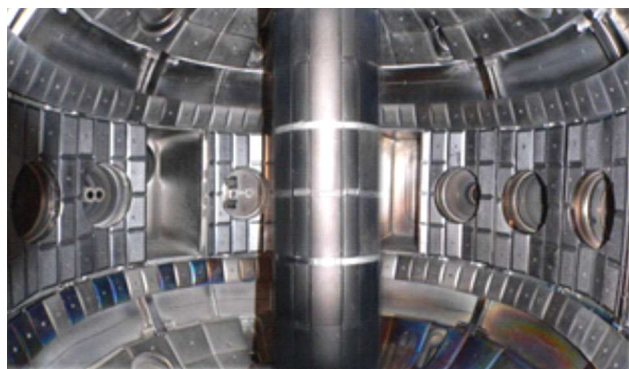
Сферический токамак Глобус-М2 [1,2] представляет собой компактную установку нового поколения (большой радиус 0.36 м, малый 0.24 м, тороидальное магнитное поле  $\leq 0.9$  Т), предназначенную для исследования физических процессов в плазме (с диверторной конфигурацией) и отработки инженерных рекомендаций для сферических токамаков мегаамперного диапазона. Около 98% внутренней поверхности вакуумной камеры токамака Глобус-М2, непосредственно обращенной к плазме, покрыто защитными графитовыми плитками толщиной от 5 до 10 мм, площадью от 100 до 200 см<sup>2</sup>, всего 614 штук (рис. 1). Защитные плитки изготовлены из графита RGTi, легированного 2 wt.% титана, 0.3–0.7 wt.% кремния и 0.25 wt.% бора [3,4].

Состав и количества сорбированных газов в защитных графитовых плитках после экспозиции в большом числе разрядов дейтериевой плазмы ( $\sim 20\,400$ ) исследовались с помощью специально разработанного масс-рефлектрона с линейной траекторией движения ионов [5]. Основным отличием этого прибора от существующих аналогов является наличие в вакуумной камере масс-анализатора нагревательного элемента с термодарой, в который может помещаться кварцевая пробирка с исследуемым образцом. Внутренний диаметр пробирки составляет  $\sim 2$  мм, а высота 10–12 мм. Открытый конец пробирки расположен в непосредственной близости от нижнего края зоны ионизации ионного источника масс-рефлектрона (так, чтобы выделяющиеся при нагреве из образца газы попадали прямо в зону ионизации). Отбор образцов для анализа проводился путем механического снятия тонкого верхнего слоя с поверхности графитовых плиток, взаимодействовавших с плазмой, с помощью острого скальпеля. Полученные графитовые порошки собирались, маркировались и хра-

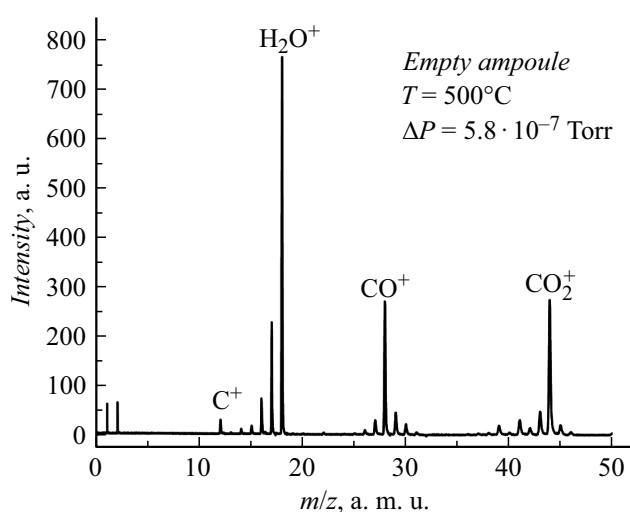
нились в отдельных контейнерах. Масса образца графита для анализа, помещаемого в кварцевую пробирку, составляла  $\sim 1$  мг и взвешивалась на аналитических весах с погрешностью до 0.1 мг. В качестве нагревателя использовалась вольфрамовая нить диаметром 0.3 мм, намотанная на кварцевую трубку. Такая конструкция позволяла нагревать образец от комнатной температуры до 700°C с шагом, например, 100°C.

В соответствии с принятой методикой подобных измерений после достижения вакуума  $\sim 1 \cdot 10^{-7}$  Торг в камере масс-анализатора производится холостое измерение фонового сигнала, когда в кварцевой пробирке нет образца, т.е. измеряется спектр остаточного газа в приборе при разных температурах. При дальнейшей обработке результатов этот спектр вычитается из получаемых спектров исследуемых образцов при тех же температурах. На рис. 2 приведен „холостой“ фоновый спектр пустой кварцевой пробирки при  $T = 500^\circ\text{C}$ . Это типичный масс-спектр остаточного вакуума любой металлической вакуумной камеры, который содержит атомарный и молекулярный водород:  $\text{H}^+$ ,  $\text{H}_2^+$  (пики при 1 и 2 а.м.у.); атомарный углерод  $^{12}\text{C}^+$ ; метан  $\text{CH}_4^+$ ; гидроксильную группу и воду  $\text{OH}^+$ ,  $\text{H}_2\text{O}^+$  (16–17–18 а.м.у.); окись углерода  $\text{CO}^+$ ; азот  $\text{N}_2^+$ ; этиленподобные органические радикалы  $\text{C}_2\text{H}_4^+$  (неразрешенный пик при 28 а.м.у.); двуокись углерода  $\text{CO}_2^+$  (пик при 44 а.м.у.).

На следующем этапе в нагревательный элемент прибора помещали пробирку с графитовой пробой и осуществляли цикл измерений с регистрацией масс-спектров выделяющихся при нагреве образцов газов при разных температурах с шагом 100°C. Необходимо отметить, что при детектировании спектров усреднение идет по 500 точкам, т.е. вместо регистрируемых



**Рис. 1.** Внутренний вид вакуумной камеры токамака Глобус-М2, облицованной графитовыми плитками. Открытые поверхности — полированная нержавеющая сталь.



**Рис. 2.** Масс-спектр пустой пробирки при температуре  $T = 500^\circ\text{C}$ .

500 спектров на выходе прибора мы получаем один усредненный спектр.

В результате измерений было обнаружено, что все полученные при различных температурах спектры образцов, взятых с разных защитных графитовых плиток, содержат одни и те же массовые пики, которые различаются только амплитудами, при этом линии фонового спектра по амплитуде в 2–3 раза ниже и в них присутствуют два пика, соответствующих 3 и 4 а.м.у. По нашему мнению, это неразрешенные пики триплета  $\text{HNN}^+ - \text{HD}^+ - {}^3\text{He}^+$  и дублета  ${}^4\text{He}^+ - {}^2\text{D}^+$ , поскольку легкий изотоп водорода — протий ( $\text{H}^+$ ,  $\text{H}_2^+$ ) — всегда есть в любой металлической вакуумной камере, дейтерий ( $\text{D}^+$ ,  $\text{D}_2^+$ ) является рабочим газом при проведении плазменных экспериментов, а легкий изотоп  ${}^3\text{He}^+$  является одним из продуктов термоядерного синтеза с участием дейтерия, и, наконец, тяжелый изотоп гелия  ${}^4\text{He}^+$  используется для чистки тлеющим разрядом вакуумной камеры токамака Глобус-М2, и его незначительные количества могут находиться внутри прибора.

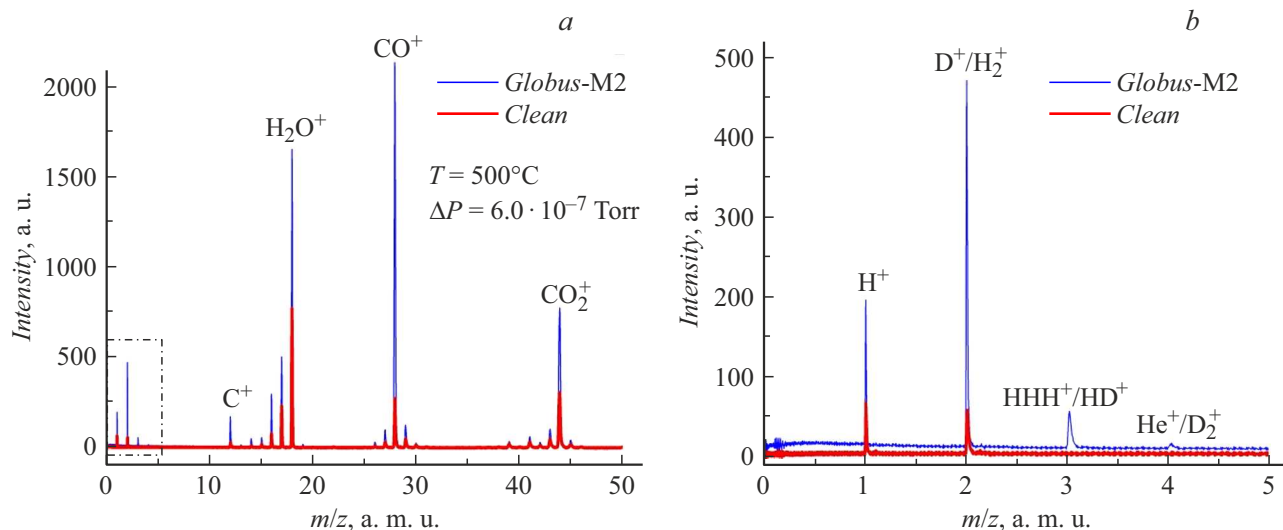
После регистрации масс-спектров графитовых образцов при различных температурах были построены кривые термодесорбции  $I_{ion}^+ = f(T[^\circ\text{C}])$  практически для всех указанных выше газов. Рассмотрение кривых термодесорбции показало, что ионы, соответствующие пикам с массами 3 и 4 а.м.у., находятся в графитовых образцах не на поверхности твердого вещества, а „вбиваются“ плазмой в объем графита, причем при температуре порядка  $600\text{--}700^\circ\text{C}$  интенсивность этих пиков падает до нуля. Ионы воды, по всей видимости, имеют две фракции: одна располагается на поверхности образца, а другая — глубоко в объеме вещества. Ионы окиси и двуокиси углерода, вероятно, находятся глубоко в объеме графитовых защитных плиток, поскольку на всех кривых десорбции максимальное выделение этих компонентов происходит в высокотемпературной области спектров. Подробнее это описано в работе [6].

Более тщательный анализ большого числа полученных масс-спектров графитовых образцов при разных температурах (порядка 150) и построенных на их основе кривых термодесорбции позволил сделать вывод, что в некоторых случаях необязательно строить кривые  $I_{ion}^+ = f(T[^\circ\text{C}])$ . Дело в том, что общий вид масс-спектров, соотношение амплитуд компонентов (например, для изотопов водорода и гелия), величина амплитуд пиков при высоких температурах нагрева образцов дают возможность качественно оценить величины этих компонентов, а также возможность очистки и дегазации защитных графитовых плиток от них. Это подтвердили дальнейшие исследования.

Перечислим основные этапы процесса очистки и дегазации графитовых плиток:

- шлифовка поверхности пластин под проточной водой наждачной бумагой с последовательным уменьшением размера зерна от 50 до  $7\ \mu\text{m}$  (карбид кремния, SiC);
- первичная промывка пластин дистиллированной водой при температуре  $80^\circ\text{C}$  в течение 2 h;
- сушка плиток при атмосферном давлении до полного высыхания;
- очистка плиток в ультразвуковой ванне в среде среднещелочного состава (Кависан-Мульти U) при  $50^\circ\text{C}$  в течение 1 h;
- промывка пластин в ванне с барботированием (в дистиллированной воде) в течение 1 h;
- сушка плиток горячим воздухом в течение 1.5 h;
- высокотемпературный отжиг пластин в электровакуумной печи в течение 5 h при  $900^\circ\text{C}$  и остаточном давлении  $\leq 10^{-7}$  Торр.

Очищенные по такой довольно сложной и трудоемкой методике защитные графитовые плитки были вновь исследованы на наличие в них сорбированных газов. На рис. 3,а представлено сравнение типичных масс-спектров графитового образца с поверхностного слоя плиток, подвергавшихся продолжительному воздействию плазмы в токамаке Глобус-М2 (синяя линия, цветной вариант рисунка представлен в электронной версии



**Рис. 3.** *a* — масс-спектр графитовой плитки до (синяя линия) и после очистки (красная линия). *b* — увеличенная область масс-спектра графитового образца в диапазоне 0–5 а.м.у. (выделена штрихпунктиром на части *a*). Цветной вариант рисунка представлен в электронной версии статьи.

статьи), и плиток, прошедших обработку по описанной выше методике очистки и дегазации (красная линия). При нагреве неочищенного графита до 500°C амплитуды пиков перечисленных выше основных газовых компонентов превышают амплитуды „холодного“ спектра, показанного на рис. 2, более чем в 2 раза. На рис. 3, *b* в увеличенном масштабе показана область масс-спектра в массовом диапазоне 0–5 а.м.у. при той же температуре. Здесь увеличение амплитуды пика с массой 2 а.м.у. может быть следствием выделения дейтерия  $D_2^+$ , неоднократно вводившегося в камеру токамака. Пики с массами 3 и 4 а.м.у., вероятно, можно идентифицировать как неразрешенные триплет  $HHH^+ - HD^+ - {}^3He^+$  и дублет  ${}^4He^+ - D_2^+$  соответственно (синяя линия). Для очищенного образца графита в спектре не наблюдается пиков при 3 и 4 а.м.у., поскольку при отжиге пластин до высоких температур в вакууме дейтерий и гелий десорбировались из графита.

В работе использована комплексная методика очистки и обезгаживания графитовых пластин, применявшихся в качестве защитного материала первой стенки токамака. С помощью масс-спектрометрического анализа газов, выделяющихся при нагреве графитовых образцов, которые отбираются с защитных пластин, мы продемонстрировали эффективность этой методики.

## Благодарности

Исследования проведены на УНУ „Сферический токамак Глобус-М“, входящей в состав ФЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“.

## Финансирование работы

Н.Н. Аруев, П.А. Романов, С.В. Филиппов выполняли масс-спектрометрическую часть работы в рамках государственного задания.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] В.К. Гусев, В.Е. Голант, Е.З. Гусаков, В.В. Дьяченко, М.А. Ирзак, В.Б. Минаев, Е.Е. Мухин, А.Н. Новохацкий, К.А. Подушникова, Г.Т. Раздобарин, Н.В. Сахаров, Е.Н. Трегубова, В.С. Узлов, О.Н. Щербинин, В.А. Беляков, А.А. Кавин, Ю.А. Косцов, Е.Г. Кузьмин, В.Ф. Сойкин, Е.А. Кузнецов, В.А. Ягнов, ЖТФ, **69** (9), 58 (1999). [V.K. Gusev, V.E. Golant, E.Z. Gusakov, V.V. D'yachenko, M.A. Irzak, V.B. Minaev, E.E. Mukhin, A.N. Novokhatskii, K.A. Podushnikova, G.T. Razdobarin, N.V. Sakharov, E.N. Tregubova, V.S. Uzlov, O.N. Shcherbinin, V.A. Belyakov, A.A. Kavin, Yu.A. Kostsov, E.G. Kuz'min, V.F. Soikin, E.A. Kuznetsov, V.A. Yagnov, Tech. Phys., **44** (9), 1054 (1999). DOI: 10.1134/1.1259469].
- [2] В.В. Минаев, В.К. Гусев, Н.В. Сахаров, В.И. Варфоломеев, Н.Н. Бакhareв, В.А. Беляков, Е.Н. Bondarchuk, П.Н. Brunkov, Ф.В. Chernyshev, В.И. Davydenko, В.В. Dyachenko, А.А. Kavin, С.А. Khitrov, Н.А. Khromov, Е.О. Kiselev, А.Н. Konovalov, В.А. Kornev, Г.С. Kurskiev, А.Н. Labusov, А.Д. Melnik, А.В. Mineev, М.И. Mironov, И.В. Miroshnikov, М.И. Patrov, Ю.В. Petrov, В.А. Rozhansky, А.Н. Saveliev, И.Ю. Senichenkov, П.В. Shchegolev, О.Н. Shcherbinin, И.В. Shikhovtsev, А.Д. Sladkomedova, В.В. Solokha, В.Н. Tanchuk, А.Ю. Telnova, В.А. Tokarev, С.Ю. Tolstiyakov, Е.Г. Zhilin, Nucl. Fusion, **57** (6), 066047 (2017). DOI: 10.1088/1741-4326/aa69e0

- [3] T.A. Burtseva, O.K. Chugunov, E.F. Dovguchits, I.V. Mazul, N.N. Shipkov, V.A. Sokolov, M.I. Persin, P.A. Platonov, in *Proc. 6th Int. Workshop on carbon materials. Binary materials for plasma-facing components* (Jülich, Germany, 1993), p. 43.
- [4] A.E. Gorodetsky, A.V. Markin, V.N. Chernikov, A.P. Zakharov, T.A. Burtseva, I.V. Mazul, N.N. Shipkov, G.D. Tolstolutsкая, V.F. Rybalko, *Fusion Eng. Des.*, **43** (2), 129 (1998).  
DOI: 10.1016/S0920-3796(98)00384-6
- [5] Б.А. Мамурин, Д.В. Шмикк, *ЖЭТФ*, **76** (5), 1500 (1979).  
[B.A. Mamurin, D.V. Shmikk, *JETP*, **49** (5), 762 (1979).].
- [6] Н.Н. Аруев, А.Н. Новохачкий, П.А. Романов, Н.В. Сахаров, Р.В. Тюкальцев, С.В. Филиппов, *Масс-спектрометрия*, **20** (1), 18 (2023).  
DOI: 10.25703/MS.2023.20.02.