

Количественный анализ содержания изотопов водорода в материалах первой стенки токамака методами оптической спектроскопии и масс-спектрометрии

© Е.В. Смирнова^{1–3}, О.С. Медведев^{1,4}, А.Г. Раздобарин^{1,2}, Д.И. Елец^{1,2,4}, Л.А. Снигирев^{1,2}, И.В. Мирошников¹, И.М. Букреев¹, Ю.М. Гаспарян^{2,4}

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

³ Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

⁴ Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“, Москва, Россия

E-mail: evsmirnova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 3 мая 2024 г.

В окончательной редакции 29 октября 2024 г.

Принято к публикации 30 октября 2024 г.

Продемонстрирована применимость лазерно-индуцированной абляции для диагностики накопления изотопов водорода. В качестве методов регистрации потока дейтерия использован анализ остаточных газов на основе масс-спектрометрии и оптической спектроскопии разряда Пеннинга. Показано, что методом оптической спектроскопии разряда Пеннинга регистрируется большее количество атомов дейтерия, чем при масс-спектрометрическом анализе. Расхождение в количественной оценке связано с регистрацией масс-спектрометром D₂, H₂, HD, при этом оптическая спектроскопия разряда Пеннинга отражает наличие протия и дейтерия вне зависимости от химического состава вещества.

Ключевые слова: изотопы водорода, спектроскопия разряда Пеннинга, масс-спектрометрия, лазерно-индуцированная абляция, первая стенка токамака, диагностика накопления трития.

DOI: 10.61011/PJTF.2024.24.59445.6611k

В термоядерных установках, таких как ITER, предусмотрены режимы работы с использованием в качестве топлива дейтерий-тритиевой (D–T) смеси. Изотопы водорода имеют свойство накапливаться в контактирующих с плазмой конструкционных материалах термоядерных установок (первой стенке и диверторе). Захват термоядерного топлива приводит к следующим негативным эффектам: 1) ограниченный срок эксплуатации реактора, связанный с накоплением радиоактивного трития; 2) возможный выход изотопов из стенок во время разряда, что приводит к нарушению соотношения компонентов топлива; 3) низкая экономическая эффективность [1,2].

Для диагностики накопления изотопов водорода в лабораторных условиях широко используют *ex situ* методы, такие как термодесорбционная спектроскопия и анализ ядерных реакций. Но в случае термоядерных реакторов данные методы требуют либо разгерметизации вакуумного объема, что влечет за собой существенные временные и финансовые затраты, либо наличия образцов-свидетелей, что сильно ограничивает исследуемые области [3]. Ввиду радиоактивности трития и ограниченных возможностей *ex situ* методов в настоящее время разрабатываются *in situ* методы диагностики накопления изотопов водорода в первой стенке токамака на основе взаимодействия лазерного излучения с веществом. Лазерные методы диагностики лишены упомянутых недостатков, присущих *ex situ* методам, и, кроме того, исключают влияние изотопного обмена при контакте образцов с атмосферой, а также взаимодействие

персонала с радиоактивными элементами установки. Для количественной оценки рассматриваются различные методы анализа остаточных газов: масс-спектрометрия, оптическая спектроскопия разряда Пеннинга, спектроскопия лазерно-индуцированного пробоя [3,4].

Масс-спектрометрия является универсальным методом измерения концентрации компонентов газовой среды. Однако для осуществления точного количественного анализа необходимо проводить калибровку для каждой отслеживаемой массы. Чувствительность детектирующей системы зависит от характеристик вакуумной системы и неодинакова для разных химических соединений.

Эмиссионная спектроскопия разряда Пеннинга заключается в анализе интенсивности линий исследуемых химических элементов при возбуждении нейтрального газа. Изменение интенсивности линейно зависит от концентрации элементов в газовой среде [2,3]. Спектральное положение линий α -серии изотопов водорода (H α — 656.27 nm, D α — 656.11 nm, T α — 656.03 nm) предъявляет требование к разрешающей способности спектрометров (не хуже 0.1 Å). Использование ячейки Пеннинга при остаточном давлении газа 10⁻⁵–10⁻⁴ Pa приводит к низкой интенсивности регистрируемых линий изотопов водорода, поэтому для регистрации сигнала необходима высокая светосила спектрометра, а также высокочувствительные детекторы на основе EMCCD, ICCD, ICMS. Преимуществами метода оптической спектроскопии разряда Пеннинга являются возможность регистрации He как продукта D–T-реакции, возмож-

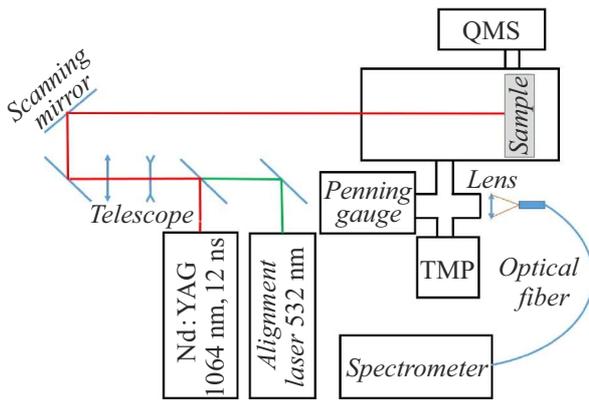


Рис. 1. Принципиальная оптическая схема стенда для лазерной диагностики накопления изотопов водорода в элементах первой стенки.

Поток атомов дейтерия (в s^{-1}), зарегистрированный методами квадрупольной масс-спектрометрии и оптической спектроскопии разряда Пеннинга

Метод регистрации	Образец	
	ЭПС_3	ЭПС_5
QMS	$4.3 \cdot 10^{15}$	$1.3 \cdot 10^{16}$
Ячейка Пеннинга	$2.2 \cdot 10^{16}$	$3.4 \cdot 10^{16}$

ность работы в диапазоне давлений $10^{-5} - 10^{-1}$ Па [5], регистрация изотопов водорода вне зависимости от химического соединения (HD , HDO , C_xD_y и др.) [6].

В настоящей работе впервые демонстрируется возможность применения метода лазерно-индуцированной абляции в сочетании с квадрупольной масс-спектрометрией (quadrupole mass-spectrometry, QMS) и оптической спектроскопией разряда в ячейке Пеннинга для количественного анализа содержания изотопов водорода в переосаждениях на элементах первой стенки (ЭПС).

Экспериментальный стенд (рис. 1) состоит из системы ввода лазерного излучения и системы сбора света разряда Пеннинга. Для увеличения интенсивности свечения плазмы в разряде Пеннинга использовалась модифицированная ячейка Alcatel CF2P, в которой были увеличены магнитное поле до 0.18 Т и разность потенциалов до 5 кВ [3]. Система регистрации включала объектив с оптоволоконным разъемом и систему спектрометрического анализа на основе дифракционного спектрометра высокого разрешения SPT-DDHR-4. Расстояние от ячейки Пеннинга до объектива составляет 0.4 м.

Для исследования использовался вакуумный стенд объемом 70 л. Базовое давление составляет $8 \cdot 10^{-5}$ Па. В качестве источника излучения использовался импульсный Nd:YAG-лазер с длиной волны излучения 1064 нм, длительностью импульса 12 нс, энергией в импульсе 450 мДж и частотой следования импульсов 10 Гц. В режи-

ме абляции плотность энергии составляла 10 Дж/см^2 при диаметре пятна 0.8 мм. Образцы сканировали с шагом 0.5 мм, время нахождения в точке 0.1 с.

Для определения оптической чувствительности системы к потоку дейтерия была проведена калибровка сигнала при напуске чистого дейтерия в вакуумную камеру с помощью системы газонапуска. В процессе калибровки абсолютные значения потоков газа измерялись по калиброванным данным квадрупольного масс-спектрометра. Интенсивность линий D_α от потока дейтерия аппроксимирована линейной зависимостью с коэффициентом наклона $1.74 \cdot 10^{-15}$ (рис. 2). Полный диапазон потоков, используемых при калибровке, определялся характеристиками QMS и системой газонапуска и составлял от $\sim 2 \cdot 10^{17} s^{-1}$ при давлении в камере $1.8 \cdot 10^{-3}$ Па до $6 \cdot 10^{17} s^{-1}$ при давлении $5.6 \cdot 10^{-3}$ Па. В текущей конфигурации экспериментального стенда надежно детектируемым является поток дейтерия $\sim (2-5) \cdot 10^{16} s^{-1}$.

Эксперименты по лазерно-индуцированной абляции проводились на образцах углеводородных осаждений, полученных при экспонировании вольфрамовой облицовки дивертора в токамаке Глобус-М2 [7]. В данной серии экспериментов изучались слои толщиной 300–600 нм (ЭПС_3 в [7]) и 5–6 мкм (ЭПС_5 в [7]). При абляции углеводородных осаждений проводилась регистрация интенсивности линии D_α в ячейке Пеннинга и сигнала 3-й и 4-й масс в QMS. Согласно данным QMS (при учете только 3-й и 4-й масс), поверхностная плотность атомов дейтерия составляет $\sim 4 \cdot 10^{17}$ и $\sim 2.5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ соответственно.

В таблице представлены потоки атомов дейтерия, зарегистрированные методами QMS и оптической спектроскопии разряда Пеннинга. Для расчета потока атомов дейтерия из интенсивности оптического сигнала линии D_α использовался коэффициент $1.74 \cdot 10^{-15}$, полученный при калибровке. Из таблицы видно, что поток дейтерия, вычисленный оптическим методом, превышает в 3–4 раза значение потока по данным QMS при регистрации только 3-й и 4-й масс. Одной из потенциальных причин наблюдаемого различия является возможное выделение дейтерия в составе летучих углеводородов в случае переосаждения в токамаке Глобус-М2 с графитовой первой стенкой. Как следствие, при использовании QMS необходимо отслеживать значительно большее количество масс для более точного количественного анализа, что в свою очередь будет требовать калибровки на каждую регистрируемую массу. Другая причина — неучтенный вклад атомарной и молекулярной фракций в интенсивность сигнала линий H_α и D_α , регистрируемую в разряде Пеннинга, что связано с их различными сечениями эмиссии [8].

Таким образом, в работе впервые продемонстрирована возможность использования ячейки Пеннинга для анализа накопления изотопов водорода в углеводородных осаждениях токамака Глобус-М2. Для более детального изучения наблюдаемого расхождения результатов оптической спектроскопии и масс-спектропии требуется

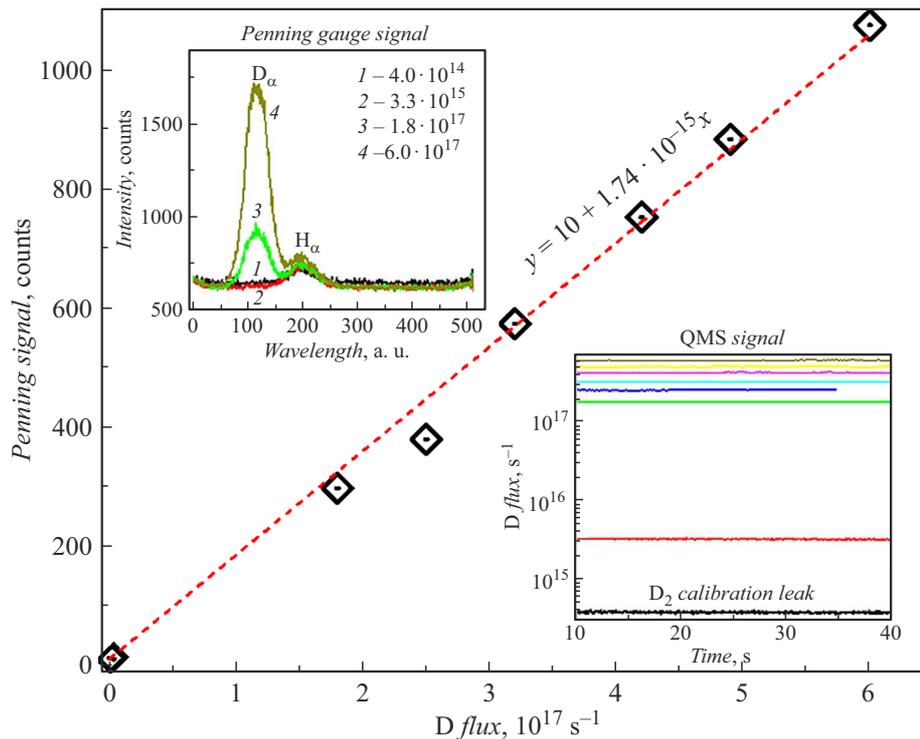


Рис. 2. Зависимость интенсивности линий D_α от потока чистого дейтерия. На верхней вставке — исходный сигнал, регистрируемый в ячейке Пеннинга с выдержкой 10 s. На нижней вставке — поток атомов, пересчитанный из сигнала QMS.

проведение аналогичных экспериментов на пленках из других материалов, насыщенных дейтерием, например из вольфрама, для которого будет исключена возможность образования летучих углеводородов. Для использования оптической спектроскопии разряда Пеннинга в качестве метода количественного анализа содержания изотопов водорода необходимо улучшить модель обработки экспериментальных данных и повысить чувствительность регистрирующей системы оптического сигнала для расширения динамического диапазона.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Е.Е. Мухину (заведующему лабораторией лазерной диагностики плазмы и взаимодействия плазмы с поверхностью, ФТИ им. А.Ф. Иоффе) за помощь в постановке эксперимента и А.Н. Новохацкому за предоставление образцов для исследования.

Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда 22-12-00360 (<https://rscf.ru/project/22-12-00360/>). Экспериментальное оборудование предоставлено в рамках работ при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (договор FFUG-2024-0034).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A.P. Zakharov, A.E. Gorodetsky, V.Kh. Alimov, S.L. Kanashenko, A.V. Markin, J. Nucl. Mater., **241**, 52 (1997). DOI: 10.1016/S0022-3115(97)80030-X
- [2] D.L. Hillis, P.D. Morgan, J.K. Ehrenberg, M. Groth, M.F. Stamp, M. Von Hellermann, V. Kumar, Rev. Sci. Instrum., **70** (1), 359 (1999). DOI: 10.1063/1.1149301
- [3] E.E. Mukhin, P. Andrew, A.D. Anthoine, A.N. Bazhenov, R. Barnsley, I.M. Bukreev, V.L. Bukhovets, A.P. Chernakov, A.E. Gorodetsky, M.M. Kochergin, A.N. Koval, A.B. Kukushkin, A.S. Kukushkin, G.S. Kurskiev, M.G. Levashova, A.E. Litvinov, V.N. Litunovsky, A.V. Markin, I.V. Mazul, S.V. Masyukevich, I.V. Miroshnikov, A.S. Nemov, A.N. Novokhatsky, A.G. Razdobarin, E.V. Sherstnev, D.S. Samsonov, V.V. Semenov, A.S. Smirnov, G. De Temmerman, S.Yu. Tolstyakov, R.Kh. Zalavutdinov, M. Walsh, J. Nucl. Fusion, **56** (3), 036017 (2016). DOI: 10.1088/0029-5515/56/3/036017
- [4] T. Denner, K.H. Finken, G. Mank, Rev. Sci. Instrum., **67** (10), 3515 (1996). DOI: 10.1063/1.1147169
- [5] C.C. Klepper, T.M. Biewer, C. Marcus, P. Andrew, W.L. Gardner, V.B. Graves, S. Hughes, JINST, **12**, C10012 (2017). DOI: 10.1088/1748-0221/12/10/C10012
- [6] I.V. Vizgalov, I.A. Sorokin, V.A. Kurnaev, J. Phys.: Conf. Ser., **747** (1), 012020 (2016). DOI: 10.1088/1742-6596/747/1/012020

- [7] V.K. Gusev, V.Kh. Alimov, I.I. Arkhipov, M. Balden, E.A. Denisov, A.E. Gorodetsky, A.A. Kurdumov, T.N. Kompaniec, V.M. Lebedev, N.V. Litunovsky, I.V. Mazul, A.N. Novokhatsky, Yu.V. Petrov, N.V. Sakharov, V.M. Sharapov, E.I. Terukov, I.N. Trapeznikova, J. Roth, A.P. Zakharov, R.K. Zalavutdinov, *J. Nucl. Mater.*, **386-388**, 708 (2009).
DOI: 10.1016/j.jnucmat.2008.12.291
- [8] K. Sawada, K. Eriguchi, T. Fujimoto, *J. Appl. Phys.*, **73** (12), 8122 (1993). DOI: 10.1063/1.353930