

УСТАНОВКА ДЛЯ СОРБЦИОННО-ДЕСОРБЦИОННЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ С МАТЕРИАЛАМИ ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

А. А. Медников, Н. П. Бобырь, А. В. Спицын, А. В. Голубева

НИЦ «Курчатовский институт», Москва
suprum.777@mail.ru

Разработан проект установки для исследования накопления водорода и его изотопов в материалах термоядерных реакторов (ТЯР). На этой установке планируется осуществлять экспозицию образцов в атмосфере изотопов водорода (H_2 или D_2) при повышенных температурах и измерение сорбции водорода. Накопление водорода в материалах исследуется методом термодесорбционной спектроскопии (ТДС).

Введение

Развитие современного общества толкает человечество на поиски новых источников энергии. Более 50 лет идут исследования в области термоядерной энергетики. В связи с проектированием термоядерных энергетических реакторов (ДЕМО) и термоядерного источника нейтронов (ТИН) на основе токамака возникает необходимость в новых конструкционных материалах, более совершенных, чем те, которые используются в проекте строящегося термоядерного реактора ИТЭР. К этим материалам предъявляется ряд требований: низкая активированность при облучении нейтронами высоких энергий, высокая теплопроводность, быстрый спад наведённой активности, малое сечение захвата нейтронов. Требование низкой активированности ограничивает набор химических элементов, пригодных для создания материалов ТЯР (C, Si, Ti, Fe, Cr, V, Be, Li).

Во многих странах, в том числе в России, осуществляется разработка новых конструкционных материалов для нужд термоядерной энергетики. Эти материалы должны быть подвергнуты различным исследованиям, чтобы показать их пригодность к использованию в условиях ТЯР, сравнить свойства материалов различных производителей и выбрать наилучшие.

Один из компонентов термоядерного топлива – тяжёлый изотоп водорода – тритий – радиокативен и дорог. Поэтому выбирая материалы для вакуумной камеры и защиты вакуумной камеры от воздействия плазмы, необходимо минимизировать накопление водорода в конструкциях ТЯР.

Следует учитывать, что в условиях ТЯР колоссальные потоки тепла и продуктов термоядерной реакции (высокоэнергетичных нейтронов и ионов) могут приводить к деградации материалов первой стенки, создавая различные типы дефектов, что может привести к росту захвата водорода. Поэтому необходимо также исследовать накопление в материалах ТЯР, поврежденных с целью имитации воздействий в ТЯР.

Для проведения подобных исследований необходима специальная установка, позволяющая осуществлять эксперименты в условиях высокого вакуума с точным измерением всех необходимых величин.

Описание установки

Принципиальная схема созданного экспериментального стенда представлена на рис. 1. Установка состоит из двух камер: основной камеры (камеры измерений) и шлюзовой камеры. В качестве камеры измерений используется вакуумный объем из нержавеющей стали с присоединённой к нему кварцевой колбой общим объемом 10^{-3} м³. Для откачки используются мембранный насос Vacuubrand MD-4 и турбомолекулярный Pfeiffer Vacuum Hi-Pice 80. Остаточное давление в камере поддерживается не хуже 5×10^{-7} Па. Насыщение образцов в экспериментах может происходить в атмосфере водорода или дейтерия (H_2 или D_2) при давлении газа 10^{-3} – 10^4 Па. Используемые в экспериментах газы предварительно очищаются палладиевым фильтром. Тонкая регулировка напуска газа осуществляется через игольчатый натекатель.

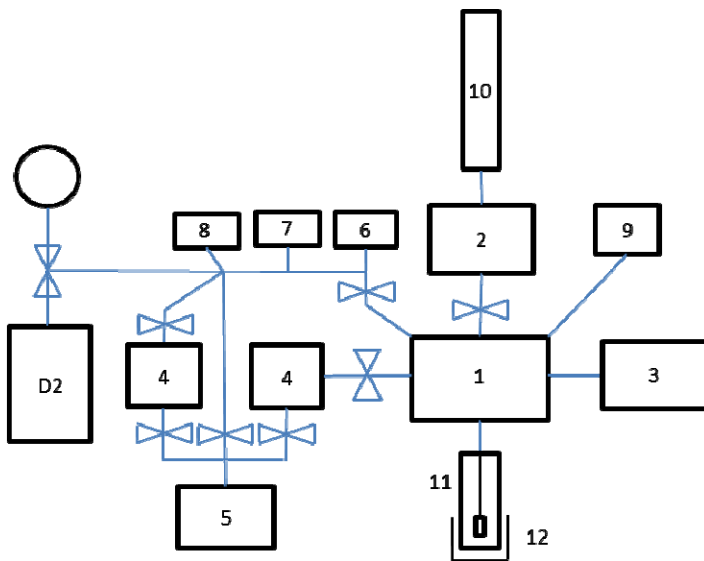


Рис. 1. Принципиальная схема установки: 1 – основная камера (камера измерений); 2 – шлюзовая камера; 3 – квадрупольный масс-спектрометр; 4 – турбомолекулярный насос Hi-Pice 80; 5 – мембранный насос MD-4; 6 – датчик давления PBR-260 (ионизационный); 7 – датчик давления ASG (деформационный); 8 – датчик давления Pirani; 9 – деформационный емкостной датчик «Varatron»; 10 – магнитный вакуумный ввод перемещения; 11 – кварцевая колба; 12 – внешний нагреватель

Нагрев образцов производится излучением от внешнего атмосферного нагревателя изготовленного из никель-хромовой проволоки, на которую подаётся напряжение с ЛАТР. Температура образца может варьироваться в диапазоне (293–1100) К. В ходе экспериментов температура стенок вакуумной ка-

меры близка к комнатной, температура кварцевой колбы не превышает 450 К. Благодаря наличию шлюзовой камеры возможна быстрая смена исследуемых образцов без развакуумирования камеры регистрации. Смена образцов производится через вакуумное окно шлюзовой камеры. Образец закрепляется на магнитном вводе для перемещения между камерами. Давление в диапазоне $5 \times 10^{-10} - 10^5$ Па измеряется вакуумным аналитическим оборудованием (широкодипазонным датчиком давления PBR-260, деформационный емкостной датчик «Baratron» CMR 363, деформационным вакууметром ASG-1000, вакууметром типа Pirani). Температура образца измеряется хромель-алюмелевой термопарой, приваренной к образцу.

Накопление изотопов водорода в образцах исследуется методом термодесорбции (ТДС). Метод заключается в нагреве образца и регистрации парциальных давлений выделяющихся газов. По полученным зависимостям парциальных давлений от времени можно рассчитать полное количество накопленных в образце частиц. Для регистрации спектра десорбирующихся из образцов частиц используется квадрупольный масс-спектрометр MKS Microvision IP. Для сбора данных используется программа LGraph2 (для записи давления с датчиков давления PBR-260 и ASG 1000 и показаний термопар). Калибровка квадрупольного масс-спектрометра проводится после каждого эксперимента.

Первые эксперименты

В качестве тестовых экспериментов была исследована сорбция дейтерия образца ванадиевого сплава V-4Cr-4Ti (10x15x3мм) производства ВНИИНМ им. А. А. Бочвара. Образец экспонировался в атмосфере дейтерия в диапазоне температур образца 373–623 К при давлении D_2 .

В ходе эксперимента образец сначала нагревался до определённой температуры, после закрывалась откачка и напускался газ D_2 до значения давления 100 Па. Выдержка длилась 1 час. В ходе экспозиции измерялось изменение давления в основной камере. После насыщения образец охлаждался до 293 К. Далее проводился анализ методом термодесорбционной спектроскопии.

Результаты тестовых экспериментов

При выдержке в атмосфере дейтерия при постоянной температуре образец захватывал определённое количество частиц, что приводило к падению давления в камере (см. рис. 2). По разнице давлений, пользуясь формулой (1) определялось количество захваченных частиц

$$N = 2N_a(p_1 - p_2)V/(RT), \quad (1)$$

где p_1 – давление газа в камере в начале насыщения (100 Па), p_2 – давление газа в камере в конце насыщения, T – температура газа, N_a – постоянная Авогадро, R – универсальная газовая постоянная, V – объём основной камеры.

Также определение количества захваченных частиц проводилось методом ТДС. При нагреве образца происходило выделение газа, что приводило

к повышению давления, которое регистрировалось квадрупольным масс-спектрометром. Дейтерий выделялся преимущественно в составе молекул HD и D₂. Из зарегистрированных при прогреве образца парциальных давлений газов HD и D₂ (рис. 2) вычитался базовый (фоновый) сигнал. Поскольку сигнал, измеряемый масс-спектрометром, зависит от ряда факторов: установок самого масс-спектрометра, геометрии эксперимента, характеристик вакуумной системы, необходимо проводить калибровку квадрупольного масс-спектрометра.

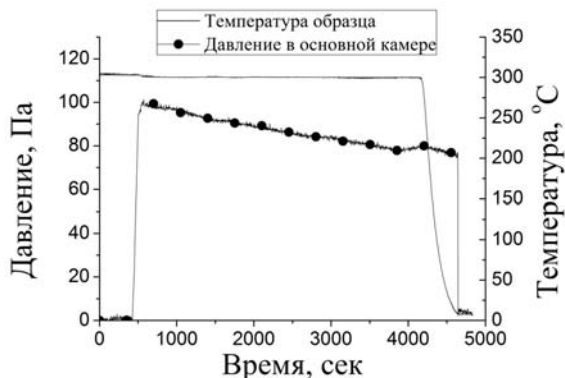


Рис. 2. Падение давления в камере в ходе экспозиции образца V-4Cr-4Ti в газообразном дейтерии

Процесс проведения калибровки состоял в следующем: натекателем выступался некий поток дейтерия (который выбирается близким к максимальной скорости десорбции во время ТДС) и записывалось соответствующее значение давлений по показаниям масс-спектрометра для потоков газоразделения J_{HD^+} и $J_{D_2^+}$. После установления стационарного давления в камере на определенный промежуток времени Δt отсекалась откачка, что приводило к росту давления Δp в основной камере. Из соотношения (2) получаем коэффициент k , связывающий давление газов, вышедших из образца с показаниями давлений газов квадрупольного масс-спектрометра.

$$\frac{\Delta p V}{\Delta t} = k (P_{J_{HD^+}} + P_{J_{D_2^+}}), \quad (2)$$

где Δp – разница давлений в камере до и после напуска, V – объем камеры, Δt – промежуток времени между закрытием и открытием откачки, $P_{J_{HD^+}}$ – значение давления, соответствующее потоку HD⁺, $P_{J_{D_2^+}}$ – значение давления, соответствующее потоку D₂⁺.

С помощью полученных термодесорбционных спектров находилась поток газа Q , вышедший из образца за время нагрева и полное количество частиц, вышедших из образца за время ТДС. Далее этот поток переводился с помощью коэффициента $k_q = 3.5 \times 10^{19}$ част/торр·л из л·торр/сек в частицы (3)

$$N = k_q Q. \quad (3)$$

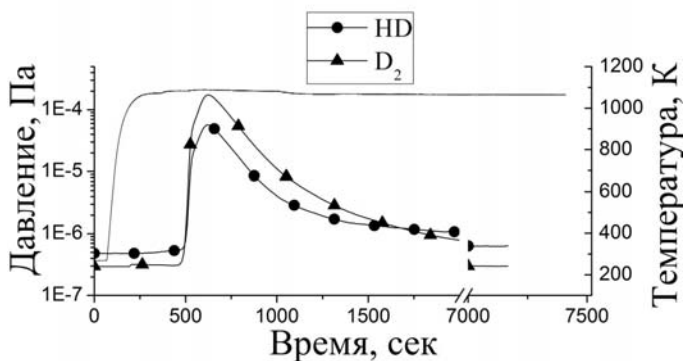


Рис. 3. Термодесорбционные спектры масс HD и D₂, полученные при нагреве образца до 1000 К

Было проведено сравнение процентного содержания дейтерия в образце, полученного двумя описанными методами: по падению давления и по термодесорбционным спектрам (рис. 4). Процентное содержание дейтерия в образце было определено в предположении равномерного распределения дейтерия в образце, что было подтверждено в наши предыдущих работах.

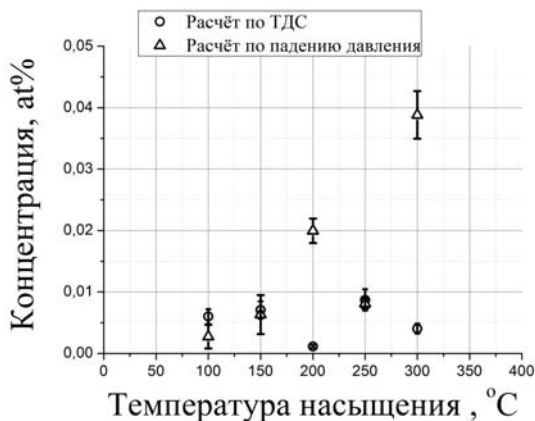


Рис. 4. Зависимость концентрации дейтерия в образце V-4Cr-4Ti от температуры экспозиции при давлении 100 Па в течение 1 часа

Из приведенной зависимости видно, что метод термодесорбции дает меньшие концентрации дейтерия в образце. Возможно нагрев образца при регистрации ТДС до 1100 К не достаточен, и часть захваченного дейтерия остается в материале.

Закключение

Сконструирована установка для проведения сорбционных и десорбционных измерений накопления изотопов водорода в материалах. Проведены первые исследования захвата дейтерия сплавом V-4Cr-4Ti. Планируется дальнейшее усовершенствование стенда. Для большей компрессии по водороду

при откачке будет последовательно подсоединен второй турбомолекулярный насос. Планируется реализация возможности отдельной откачки основной и шлюзовой камер. Температура образца будет дополнительно измеряться пирометром, для безконтактного измерения с последующим сравнением с показаниями термопар. Планируется реализовать систему линейного нагрева образца до 1300 К излучением со скоростями нагрева в диапазоне – 0,1–10 К/сек.