

Е.Д. ВОВЧЕНКО*, М.В. ГРИШАЕВ, Н.Е. ЕФИМОВ, А.П. МЕЛЕХОВ,
Д.Н. СИНЕЛЬНИКОВ, Ю.М. ГАСПАРЯН

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
edvovchenko@mail.ru

ОСОБЕННОСТИ ГЕНЕРАЦИИ ЛАЗЕРНОЙ ПЛАЗМЫ И ФОРМИРОВАНИЯ LIBS-СПЕКТРОВ ДЛЯ МОНИТОРИНГА ПОВЕРХНОСТЕЙ ТЯР

1. Введение

Комбинация лазерной плазмы и оптической эмиссионной спектроскопии лежит в основе хорошо известного метода аналитического исследования материалов – лазерно-индуцированной спектроскопии пробоя (LIBS). Благодаря своим преимуществам (удаленный быстрый многоэлементный анализ с пространственным разрешением по глубине и площади поверхности, отсутствие пробоподготовки, возможность анализа *in situ*) этот метод активно развивается и имеет широкий спектр применений в науке и промышленности [1, 2].

Интерес к применению LIBS в термоядерном синтезе в первую очередь вызван возможностью проведения дистанционного *in-vacuo* послойного анализа состава поверхности первой стенки ТЯР. Ожидается, что оптические сигналы не будут искажаться магнитными полями и радиацией, поскольку основная диагностическая аппаратура располагается удаленно.

Физические процессы, участвующие в формировании излучения лазерной плазмы (ЛП), приводят к сложной спектрально-временной структуре LIBS-спектра. На ранних стадиях формирования ЛП, когда температура плазмы достаточно высока, доминирует свободно-свободное и свободно-связанное излучение, что является причиной появления континуума. Характеризующее вещество линейчатое излучение испускается только в пределах определенного временного интервала эволюции ЛП и затем постепенно затухает, поскольку процесс электронного возбуждения становится слабым или отсутствует. При этом очевидно, что аналитические возможности LIBS кроме системы регистрации оптических спектров излучения ЛП, а также временной задержки и экспозиции при регистрации оптического сигнала, во многом зависят и от плазмы, производимой лазером.

В работе рассматриваются факторы, влияющие на формирование LIBS-спектров и эффективность элементного анализа поверхностей ТЯР.

2. Базовые LIBS эксперименты на токамаках

Один из первых LIBS экспериментов, выполненный в 2005 году на токамаке TEXTOR, пришел на смену коллекторам ионов и времяпролетной диагностике с электростатическим анализатором энергии ионов. Он продемонстрировал принципиальную возможность контроля за процессами накопления и удаления топлива по относительному содержанию дейтерия, измеренному из отношения интенсивностей линий дейтерия Da (656,1 нм) и углерода CII (657,9 нм) [3]. Для воздействия на графитовую плитку токамака TEXTOR использовался импульсный лазер YAG: Nd ($\lambda = 1,06$ мкм) с энергией одиночного импульса до 0,8 Дж при длительности 3,5 нс и частоте следования 10 Гц.

Следующая экспериментальная компания связана с вольфрамом, который считается одним из перспективных материалов в термоядерной технике. Для регистрации сложного спектра W с большим количеством линий требовалось интегрирование по большому числу импульсов, что увеличивало фоновую засветку и привело к необходимости применения ICCD-спектрометров (от англ. Intensified charge-coupled devices). Их отличало наличие усилителя яркости на основе ЭОП с временным затвором, что позволило оптимизировать время наблюдения, задержки и существенно уменьшить количество накапливаемых спектров.

Дальнейшее развитие LIBS экспериментов направлено на диагностику поверхностей из смешанных гидрированных слоев, содержащих различные смеси из тугоплавких материалов: W, Mo, Ta, Be, C. Бериллий в этих исследованиях LIBS заменялся на алюминий. Результаты этих работ показали прямую корреляцию между химической концентрацией элементов и интенсивностью спектральных линий [4]

$$C_e = \frac{\sum_i I_{ie}}{\sum_a I_{ae}},$$

где C_e – коэффициент содержания элемента e , I_{ie} – интенсивности линий исследуемого элемента, I_{ae} – интенсивности всех элементов в спектре. При расчете учитывались только те спектральные линии, интенсивности которых превышали 10% от самой интенсивной линии этого элемента.

Разработанные методы LIBS анализа на смешанных материалах открыли возможность для контроля химического состава в зависимости от глубины расположения элементов по отношению к поверхности. Слабым местом такого LIBS профилирования является заметная ошибка при исследовании тонких неоднородных слоев, толщина которых всего в несколько раз

превышает глубину лазерного кратера, равную $0,5 \div 1$ мкм/импульс [5]. При этом имеет место искажение результатов из-за неравномерного удаления вещества с площади кратера с преимущественной абляцией в центре.

3. Факторы, влияющие на формирование LIBS-спектров

3.1. Газовая среда, окружающая лазерную плазму.

Одна из основных трудностей при расшифровке LIBS-спектров, полученных при тестировании материалов в открытой атмосфере воздуха связана с присутствием линий азота и кислорода. Работа в условиях вакуума не всегда удобна и возможна, поскольку приводит к уменьшению размера области свечения плазмы, а также длительности и интенсивности излучения ЛП. Регистрация LIBS-спектров в атмосфере аргона (продувка при атмосферном давлении или заполнение Ar предварительно откаченного рабочего объема) решает эту проблему.

3.2. Длительность лазерных импульсов.

В технике LIBS широко используются наносекундные импульсные лазеры, что обусловлено их низкой стоимостью, простой конструкцией и несложной эксплуатацией. Кроме того, благодаря активному развитию лазеров пико- и фемтосекундного диапазонов они также приобретают популярность и востребованы в задачах, где требуется обеспечение высокой чувствительности измерений.

3.3. Двухимпульсный режим (DP-LIBS).

Повышение чувствительности и улучшение воспроизводимости LIBS при одновременном снижении плотности мощности на мишени получены при использовании для образования плазмы двух лазерных импульсов. Совокупность физико-химических процессов в условиях взаимодействия второго импульса с предварительно аблируемым веществом приводит к увеличению степени атомизации, уменьшению сплошного фона в спектре и повышению аналитических возможностей метода LIBS.

3.4. Гибридные системы лазерной абляционной спектроскопии (LIAS).

В их основе лежит лазерная абляция с дополнительным возбуждением. Процесс ионизации обусловлен и поддерживается вспомогательными источниками возбуждения: тлеющим, высокочастотным или искровым разрядами. В этих схемах лазер применяется в основном для абляции вещества, а последующая ионизация атомов и молекул с помощью вспомогательного разряда уже приводит к образованию низкотемпературной плазмы. Для LIAS характерен малый расход исследуемого вещества по сравнению с простым LIBS и достижение лучшего разрешения по глубине,

что обусловлено возможностью работы с более низкой плотностью энергии лазерного излучения на исследуемых поверхностях.

4. LIBS с помощью искрового разряда

При формировании LIBS-спектров применение искрового разряда в сочетании с лазерной плазмой (SD-LIBS) приводит к увеличению интенсивности линейчатого спектра и улучшению соотношения сигнал-шум. Для генерации сильноточной искровой плазмы используется вспомогательная лазерная плазма, образующаяся на исследуемом образце, расположенном либо позади, либо в центре разрядного промежутка. При этом для получения ЛП уже достаточно небольших энергий лазера, при которых скорость абляции заметно меньше, чем при простой LIBS.

Разлет ЛП в область разрядного промежутка, приводящий к его пробою, принципиально отличает SD-LIBS от LIAS. При использовании SP-LIBS за счет более высокой температуры плазмы повышается степень ионизации, что приводит к увеличению заселенности верхних уровней. Значительную роль в усилении сигнала играет и увеличение времени жизни плазмы. Кроме того, в такой лазерно-искровой плазме достигается более высокая плотность электронов по сравнению с DP-LIBS и стандартной LIBS, что важно для выполнения условия локального термодинамического равновесия (ЛТР).

С целью применения в LIBS рассматриваются режимы генерации и приводится оценка основных характеристик плазмы такого сильноточного искрового разряда с лазерным иницированием.

Литература

- [1] Cremers D.A., Radziemski L.J. Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy // Second Edition. John Wiley & Sons. 2013, 432 pp
- [2] Musazzi S., Perini U., Laser-Induced Breakdown Spectroscopy: Theory and Applications // Berlin Heidelberg, Springer, 2014. 565 pp
- [3] Gasior P., Czarnecka A., Rosinski M., et al. Effective laser-induced removal of co-deposited layers from plasma facing components in a tokamak // Czechoslovak Journal of Physics, 2006. Vol. 56, Suppl. B, p. B67-B72
- [4] Gasior P. Laser-Induced Breakdown Spectroscopy as Diagnostics for Plasma-Wall Interactions Monitoring in Tokamaks // ACTA PHYSICA POLONICA, Series A, 2020. Vol. 138, № 4, p. 601–607
- [5] Vovchenko E.D., Krat S.A., Kurnaev V.A. et al. Analysis of the Near-Surface Layers of Lithium Coatings Using Laser Induced Breakdown Spectroscopy // Physics of Atomic Nuclei, 2019. Vol. 82, № 9, p. 1234 – 1238