

УДК 661.665:621.039.623

ОСАЖДЕНИЕ БОРОКАРБИДНЫХ ПЛЁНОК В ОМИЧЕСКОМ РАЗРЯДЕ СТЕЛЛАТОРА Л-2М С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КАРБОРАНА

А.И. Мещеряков, М.С. Бережецкий, В.П. Логвиненко, А.А. Летунов (Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия), О.И. Бужинский (ФГУП «ГНЦ РФ ТРИНИТИ», Троицк, Россия), А.Г. Волобой (Институт прикладной математики им. М.В. Келдыша РАН, Москва, Россия)

В работе приведены результаты экспериментальных исследований импульсной боронизации, проводимой в плазме омического разряда на стеллараторе Л-2М с применением карборана $C_2B_{10}H_{12}$. Исследованы стойкость полученной бороуглеродной плёнки к распылению под действием потока плазмы омического разряда, динамика параметров плазмы в омическом разряде после нанесения бороуглеродных плёнок. Показано, что импульсная боронизация позволяет наносить более плотное и прочное борокарбидное покрытие на стенки камеры стелларатора по сравнению с боронизацией в тлеющем разряде. При этом уменьшается рециклинг водорода со стенки камеры, а также количество примесей углерода и кислорода в водородной плазме омического разряда и соответствующие радиационные потери. Исследованы также светорассеивающие свойства образцов с бороуглеродными плёнками.

Ключевые слова: УТС, токамак, стелларатор, радиационные потери, поступление примесей в плазму, бороуглеродные плёнки, боронизация вакуумной камеры, омический нагрев плазмы.

DEPOSITION OF BORON FILMS UNDER OHMIC DISCHARGES IN THE L-2M STELLARATOR USING METACARBORANE. A.I. MESHCHERYAKOV, M.S. BEREZHETSKIJ, V.P. LOGVINENKO, A.A. LETUNOV, O.I. BUZHINSKIJ, A.G. VOLOBOY. The results of experimental pulsed boronization are given in this paper. Boronization was carried out with carborane $C_2B_{10}H_{12}$ in plasma produced by ohmic discharges in the L-2M stellarator. We have tested the resistance of the obtained boron—carbon films with respect to their scattering under interaction with plasma of ohmic discharges. The dynamics of plasma parameters in the ohmic discharge after applying boron—carbon films was under study. It was shown that pulsed boronization produces more dense and durable boron—carbon coating on the walls of the stellarator chamber compared to boronization in a glow discharge. This significantly decreases the recycling of hydrogen from chamber walls as well as an amount of carbon and oxygen impurities in plasma of ohmic discharge and corresponding radiation losses. The light-scattering properties of the samples with boron-containing films were studied as well.

Key words: controlled fusion, tokamak, stellarator, radiation losses, impurity inflow into plasma, boron—carbon films, boronization of vacuum chamber, ohmic heating of plasma

ВВЕДЕНИЕ

В установках УТС с магнитным удержанием широко применяется осаждение боросодержащих плёнок на внутреннюю поверхность камеры для уменьшения поступления примесей в плазму со стенки [1, 2]. Боронизация, т.е. осаждение боросодержащих плёнок, обычно выполняется в плазме тлеющего разряда в гелии с малой плотностью или с использованием плазмы электронно-циклотронного нагрева [2]. Эта технология была успешно использована на многих установках [2]. Было экспериментально установлено, что по составу образующееся покрытие является бороуглеродным [2]. Нанесение таких покрытий позволяет улучшить условия на поверхности вакуумных камер и обращённых к плазме компонентов диагностик, расположенных внутри камеры. Бороуглеродные плёнки уменьшают уровень тяжёлых примесей (железо, хром, никель), активно поглощают кислород, существенно уменьшают содержание углерода. Однако использование тлеющего разряда с достаточно низкими энергетическими характеристиками позволяет получить лишь аморфную плёнку толщиной порядка 100 нм, сорбирующую водород и его изотопы и эродирующую в течение разрядов суммарной длительностью 1—10 с. Типичная скорость эрозии такой плёнки составляет порядка 3—10 нм/с [2].

На стеллараторе Л-2М с 2002 г. также проводится боронизация стенок вакуумной камеры в тлеющем разряде с применением карборана, позволившая значительно улучшить параметры разряда [3]. Так, после проведения боронизации стенок вакуумной камеры концентрация примесей кислорода и углерода в разряде уменьшилась в 3—5 раз, радиационные потери уменьшились в 2—3 раза и стали составлять всего 15—25% от вкладываемой энергии. Однако аморфное покрытие сорбировало до 40% водорода, что приводило к рециклингу водорода во время разряда. Недолговечность покрытия приводила к необходимости повторного нанесения плёнки даже в течение одной серии экспериментов с плазмой.

На токамаке Т-11М [4] была предложена методика нанесения борокарбидного покрытия в плазме рабочего разряда. Используя относительно высокую плотность и температуру (40 эВ) пристеночной плазмы, удалось получить борокарбидную плёнку высокой плотности, по структуре близкую к кристаллической [4]. Скорость роста плёнки составляла порядка 10 нм/с, что оказалось в 1000 раз выше скорости осаждения в тлеющем разряде. В результате боронизации в плазме рабочего разряда на токамаке Т-11М радиационные потери уменьшились в 2 раза.

Методика нанесения борокарбидной плёнки во время рабочих разрядов установки была также применена на стеллараторе Л-2М. В настоящей работе приведены результаты экспериментальных исследований импульсной боронизации, проводимой в плазме омического разряда с применением карборана $C_2B_{10}H_{12}$.

УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИМПУЛЬСНОЙ БОРОНИЗАЦИИ НА СТЕЛЛАРАТОРЕ Л-2М

Для проведения импульсной боронизации использовалась та же камера боронизации, что и для боронизации в тлеющем разряде, только выходной вентиль был заменён на импульсный клапан (рис. 1). Камера боронизации прогревалась до $110\text{ }^\circ\text{C}$, а колба с карбораном до $60\text{ }^\circ\text{C}$. Давление под импульсным клапаном поддерживалось равным $P = 8 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.

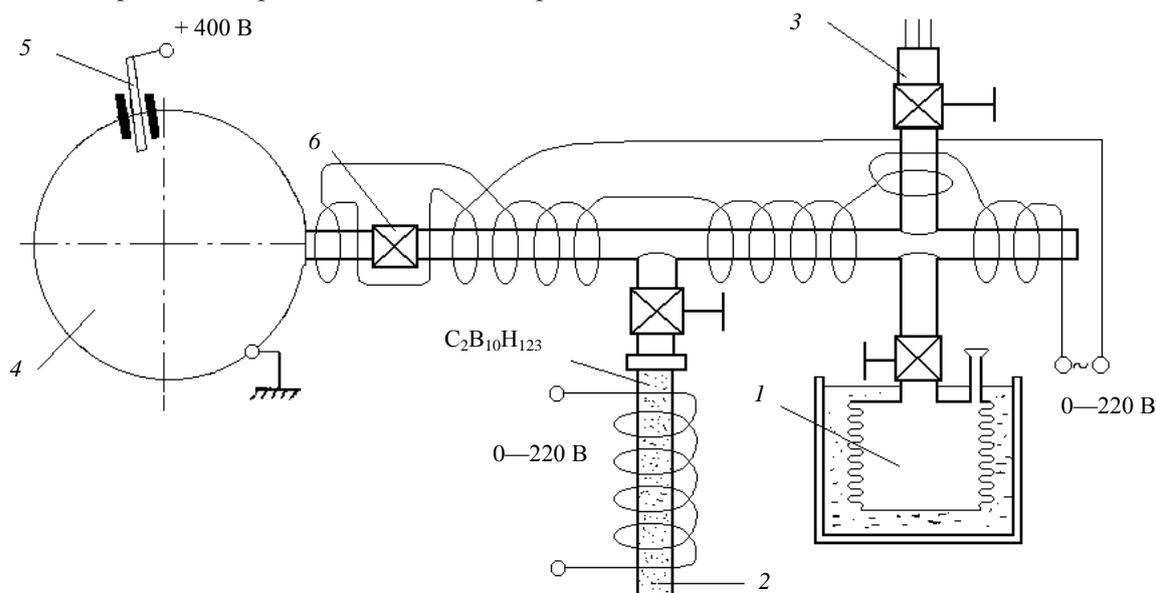


Рис. 1. Система боронизации вакуумной камеры: 1 — силикогелевый насос; 2 — колба с карбораном; 3 — термопарная лампа; 4 — поперечное сечение камеры стелларатора; 5 — электрод для инициации тлеющего разряда; 6 — импульсный клапан

Импульсная боронизация осуществлялась в предварительно подготовленной камере стелларатора. Предварительно проводилась в течение 5 мин обычная боронизация в тлеющем разряде. Только в этих условиях удавалось добиться импульса омического разряда длительностью 40—50 мс с несколько спадающей во времени плотностью плазмы. Режимы с постоянной во времени плотностью отличаются большими температурами плазмы на краю плазменного шнура, что является необходимым условием для получения качественной борокарбидной плёнки во время проведения импульсной боронизации. Напуск карборана в омическом разряде осуществлялся с помощью импульсного клапана, начало открытия которого совпадало с началом омического разряда, а длительность напуска составляла 30—40 мс, т.е. в течение всего импульса омического разряда.

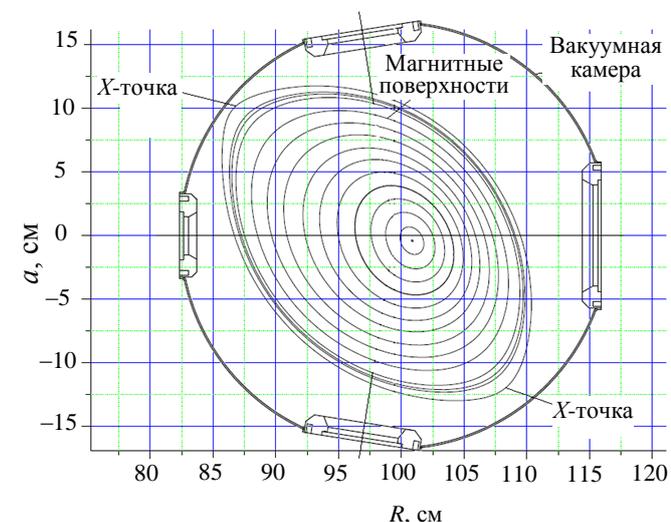


Рис. 2. Поперечное сечение камеры стелларатора Л-2М и положение магнитных поверхностей

Импульсное нанесение борокарбидной плёнки происходило неравномерно по поверхности камеры. Дело в том, что магнитная система стелларатора создаёт магнитное поле, представляющее собой в поперечном сечении систему вложенных магнитных поверхностей с двумя диверторными конфигурациями в поперечном сечении плазменного шнура — так называемые X-точки (рис. 2). Поток заряженных частиц и энергии из плазмы в углах сепаратрисы на порядок превышает поток в остальных местах поверхности плазмы. Поэтому в импульсах омического разряда интенсивное нанесение плотной борокарбидной плёнки

происходило в углах сепаратрисы. В рабочих разрядах взаимодействие плазмы со стенкой происходит именно в этих местах поверхности камеры. В соответствии с этим борокарбидное покрытие в этих местах поверхности камеры играет наиболее важную роль.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕДЕНИЯ ИМПУЛЬСНОЙ БОРОНИЗАЦИИ

Исходя из скорости нанесения плёнки при импульсной боронизации, оцененной в [4], ожидалось, что для получения борокарбидной плёнки толщиной 20—25 нм потребуется около 50 импульсов омического разряда стелларатора длительностью 40—50 мс (общее время нанесения плёнки 2,0—2,5 с). В экспериментах [4] общее время нанесения покрытия составляло порядка 10 с. При этом покрытие наносилось на всю внутреннюю поверхность камеры токамака. Как уже отмечалось, в силу особенностей магнитной конфигурации стелларатора борокарбидная плёнка повышенной прочности образовывалась преимущественно в тех местах поверхности вакуумной камеры, которые близки к углам сепаратрисы (X -точки на рис. 2). На остальной поверхности вакуумной камеры сохраняется более рыхлая плёнка, образовавшаяся в результате обычной боронизации в тлеющем разряде. О наличии и прочности нанесённой плёнки мы можем судить по измеренным параметрам плазмы в рабочем импульсе установки. В случае образования плотной плёнки уменьшается рецик-

линг водорода, сильно уменьшаются уровень излучения из плазмы и такой параметр, как напряжение на обходе. О прочности нанесённого покрытия можно судить по количеству рабочих импульсов, в течение которых покрытие выполняет свою функцию изолирования стенки камеры от плазмы. Так, спектроскопический контроль наличия примесей показал, что после проведения импульсной боронизации в рабочих импульсах омического разряда в водородной плазме свечение линий углерода и кислорода уменьшилось в 3—5 раз (рис. 3). В 2—3 раза уменьшились общие радиационные потери плазмы. Плотность плазмы оставалась постоянной в течение всего импульса омического разряда $\Delta t = 30$ мс, что говорит об уменьшении рециклинга водорода и количества примесей, поступающих со стенки камеры. Удалось выявить преимущество борокарбидной плёнки, полученной при импульсной боронизации, которое состоит из уменьшения рециклинга водорода и увеличения её долговечности. Ресурсные испытания образовавшейся борокарбидной плёнки показали, что покрытие начинает деградировать после примерно 200 рабочих импульсов стелларатора длительностью 40—50 мс (общее время воздействия плазмы омического разряда составило около 10 с). Это примерно в 2 раза дольше, чем время деградации плёнки, полученной в тлеющем разряде, т.е. покрытие при импульсной боронизации оказалось более стойким к распылению по сравнению с покрытием при боронизации в тлеющем разряде.

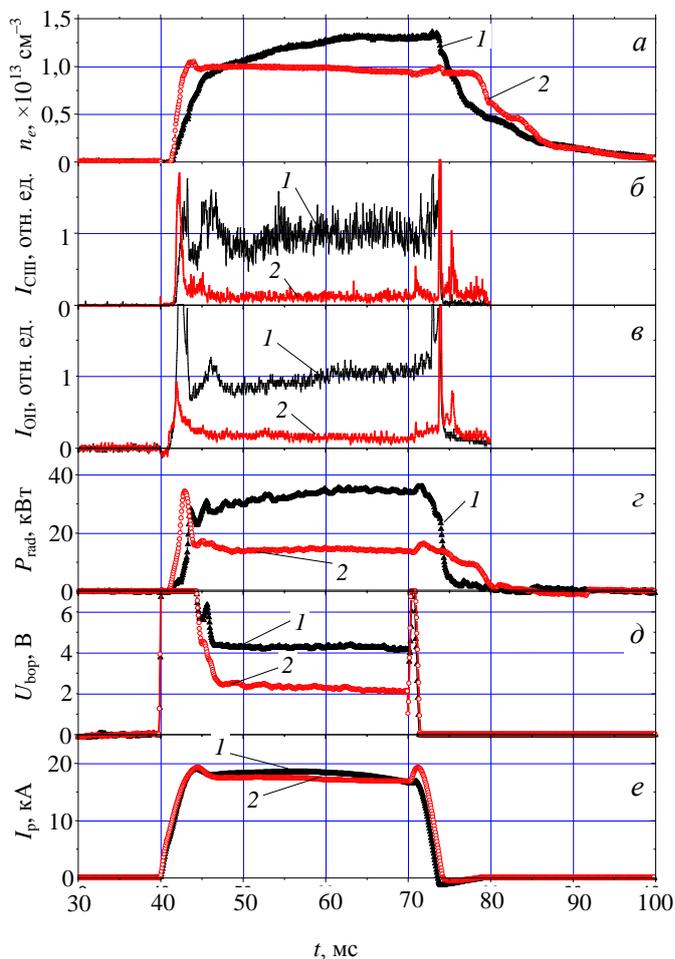


Рис. 3. Параметры омического разряда до (осциллограмма 1) и после (осциллограмма 2) импульсной боронизации вакуумной камеры: *a* — средняя по центральной хорде концентрация электронов n_e ; *b* — интенсивность свечения линии углерода I_{CII} ; *c* — интенсивность свечения линии кислорода I_{OII} ; *d* — мощность радиационных потерь плазмы P_{rad} ; *e* — напряжение на обходе тора U_{loop} ; *e* — ток омического разряда I_{OH}

ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ БОРОКАРБИДНОЙ ПЛЁНКИ

В экспериментах по нанесению борокарбидных плёнок с различной структурой, возникающих при различных способах нанесения плёнки, остро ощущалась необходимость оперативной дистанционной диагностики участков поверхности вакуумной камеры на наличие, качество и сохранность наносимого покрытия. Поэтому образцы с борокарбидными покрытиями были исследованы на установке по оптическому измерению качества поверхности, в основе которой лежат измерения спектрального коэффициента яркости образцов. Целью экспериментов было обнаружение каких-либо особенностей в спектре или диаграмме направленности излучения видимого диапазона, рассеянного поверхностями с борокарбидным покрытием.

Коэффициент яркости. Простейшей идеализацией рассеивающей поверхности является поверхность, имеющая одинаковую яркость вторичного излучения во всех направлениях — закон Ламберта. Поверхности, рассеивающие по закону Ламберта, практически отсутствуют вокруг нас, в то же время большинство шероховатых поверхностей кое в чём с ними сходны. Во многих случаях при малых углах падения и не слишком больших углах наблюдения ($<60^\circ$) они довольно близки к идеальным, за исключением наличия поглощения. Но в большинстве случаев при приближении направления наблюдения к плоскости поверхности суммарная интенсивность рассеяния спадает быстрее закона Ламберта (быстрее косинуса угла с нормалью). В светотехнике принято характеризовать рассеивающие свойства поверхностей отношением интенсивности рассеяния к той интенсивности, которая была бы в случае идеальной ламбертовой поверхности. Эту величину именуют коэффициентом яркости (в англоязычной литературе принят термин *lumiance*). Она может зависеть от длины волны падающего излучения — спектральный коэффициент яркости. Для изотропных поверхностей эта величина зависит от угла падения и направления наблюдения, для анизотропных добавляется ещё и зависимость от угла поворота вокруг нормали.

Светорассеивающие свойства нескольких образцов с боросодержащими плёнками и контрольных образцов были измерены в отделе компьютерной графики и вычислительной оптики ИПМ им. М.В. Келдыша на стенде для измерения светорассеивающих свойств поверхности. [6]. Измеряли полную пространственную зависимость светорассеяния от направления наблюдения во всём видимом диапазоне с шагом 30 нм. В дальнейшем показаны только характеристики рассеяния в плоскости падения

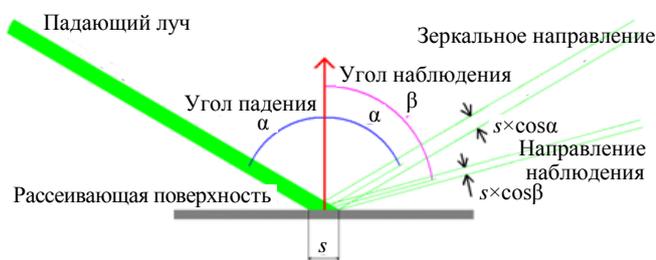


Рис. 4. Геометрия измерений рассеяния

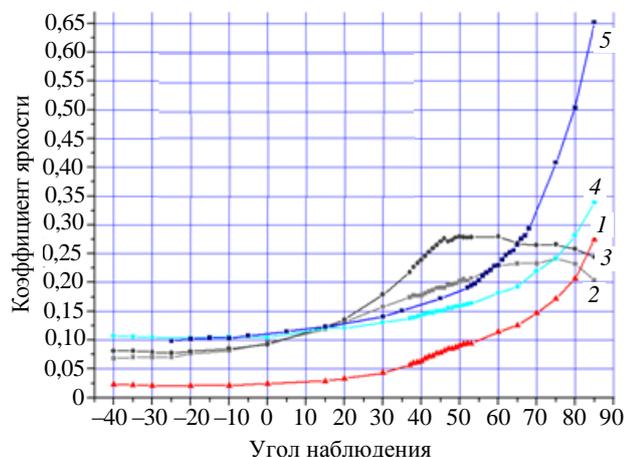


Рис. 5. Результаты измерений угловой зависимости коэффициента яркости: 1 — бор—углерод Т-11М; 2 — графит; 3 — стенка Т-11М; 4 — V_4C_3 , 45° ; 5 — V_4C_3 , 60°

на длине волны 540 нм. На рис. 4 показана схема геометрии измерений в плоскости падения.

В измерениях использовали образцы покрытий, полученные в экспериментах на токамаке Т-11М, и образцы при газофазовом осаждении [6], поскольку на момент проведения исследований соответствующие образцы со стелларатора Л-2М отсутствовали. На рис. 5 представлены результаты измерений для образца графита с боросодержащим слоем толщиной ~ 30 нм, нанесённым за несколько импульсов при импульсной боронизации в Т-11М (1) [4], и не экспонированного участка поверхности того же образца (2) для угла падения 45° , поверхности образца из нитрида бора, в течение длительного времени экспонированного в камере Т-11М при работе без боронизации (3), и графитового образца со слоем поликристаллического карбида бора толщиной 70 мкм, нанесённым осаждением из газовой фазы [6] в плазмохимической ячейке для углов падения 45° (4) и 60° (5).

График для идеальной ламбертовой поверхности изображался бы на этом рисунке горизонтальной прямой, проходящей через 1 на оси ординат.

В результате этих измерений была обнаружена некоторая характерная особенность, которая может послужить основой дистанционной диагностики боронизованной поверхности. При достаточно больших углах падения (начиная примерно с 30°) яркость поверхностей, подвергнутых импульсной боронизации (кривая 1) или покрытию карбидом бора (кривые 3), не падает, а заметно растёт при приближении направления наблюдения к поверхности образца со стороны направления зеркального отражения. Это наблюдается не только в плоскости падения, но и достаточно далеко от неё вплоть до азимутального угла $\pm 45^\circ$. В то же время графит подложки (кривая 2), будучи при направлении наблюдения вдали от плоскости поверхности более ярким, становится при приближении к ней направления наблюдения тусклее как по абсолютной величине, так и по отношению к боронизованной поверхности. Этот эффект ещё более чётко проявлялся при визуальном наблюдении рассеяния при угле падения 60° . К сожалению, для этого угла падения малые размеры образца уже не позволяли провести количественные измерения.

ВЫВОДЫ

На стеллараторе Л-2М была проведена импульсная боронизация в режиме омического разряда с предварительно подготовленной вакуумной камерой. Сравнение с проводившейся ранее боронизацией в тлеющем разряде показало, что:

— импульсная боронизация позволяет наносить более плотное и прочное борокарбидное покрытие на стенки камеры стелларатора по сравнению с боронизацией в тлеющем разряде. Общее время, в течение которого покрытие продолжает выполнять экранирующие функции, возросло в 2 раза по сравнению с боронизацией в тлеющем разряде;

— существенно уменьшился рециклинг водорода со стенки камеры. Количество примесей углерода и кислорода в водородной плазме омического разряда и радиационные потери значительно уменьшаются по сравнению с их уровнем до боронизации, но остаются примерно такими же, как и после боронизации в тлеющем разряде.

Обнаруженные нами особенности светорассеивающих свойств образцов с боросодержащими плёнками позволяют рассчитывать на возможность создания оптической диагностики для дистанционного контроля поверхностей.

В ближайшее время планируется приготовить и исследовать образцы покрытий с различной длительностью экспонирования как с импульсной, так и с «обычной» боронизацией в стеллараторе Л-2М и токамаке Т-11М на материале, идентичном материалу стенки вакуумной камеры.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 11-02-01341-а).

REFERENCES

1. Winter J., Esser H., Konena L. et al. — J. Nucl. Mater., 1989, vol. 162—164, p. 713.
2. Buzhinskij O., Semenets Yr. — J. Fusion Technology, 1997, vol. 32, № 1, pp. 1—13.
3. Meshcheryakov A.I., Berezhetskiy M.S., Akulina D.K., Batanov G.M., Logvinenko V.P., Letunov A.A. — Fizika plazmy (Plasma Physics), 2005, vol. 31, № 6, p. 496 (in Russian).
4. Buzhinskij O., Otroschenko V., Barsuk V. — J. Nucl. Mater., 2009, vol. 390—391, p. 996.
5. Buzhinskij O., Guseva M., Gordeeva G. et al. — J. Nucl. Mater., 1990, vol. 175, p. 262.
6. Voloboy A.G., Galaktionov V.A., Ershov S.V., Letunov A.A., Potemkin I.S. Hardware-software complex for measurement of the surface light-scattering properties. — Informatsionnye tekhnologii i vychislitel'nye sistemy (Informational technologies and computational systems), 2006, № 4, pp. 24—39 (in Russian).

AUTHORS

Meshcheryakov A.I. A.M. Prokhorov General Physics Institute RAS, ul. Vavilova 38, 119991 Moscow, Russia; meshch@fpl.gpi.ru.

Berezhetskiy M.S. A.M. Prokhorov General Physics Institute RAS, ul. Vavilova 38, 119991 Moscow, Russia.

Logvinenko V.P. A.M. Prokhorov General Physics Institute RAS, ul. Vavilova 38, 119991 Moscow, Russia.

Letunov A.A. A.M. Prokhorov General Physics Institute RAS, ul. Vavilova 38, 119991 Moscow, Russia.

Buzhinskij O.I. State Research Center of Russian Federation Troitsk Institute for Innovation & Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia.

Voloboy A.G. M.V. Keldysh Institute of Applied Mathematics RAS, Miusskaya sq. 4, 125047 Moscow, Russia.

Received 3 December 2010
Problems of Atomic Science and Technology
Ser. Thermonuclear Fusion, 2011, issue 2, pp. 65—69.