

УДК 661.665:533.924

## ИСПЫТАНИЕ ЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИНТЕНСИВНЫМИ ПОТОКАМИ ПЛАЗМЫ НА УСТАНОВКЕ КСПУ-Т

О.И. Бужинский<sup>1</sup>, В.А. Барсук<sup>1</sup>, Л.Б. Беграмбеков<sup>2</sup>, Н.С. Климов<sup>1,2</sup>, В.Г. Отрощенко<sup>1</sup>, А.Б. Путрик<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований, Троицк, Москва, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

Исследовали влияние импульсного облучения плазмой на установке КСПУ-Т на покрытие кристаллического карбида бора  $B_4C$ . Длительность прямоугольных импульсов плазмы составляла 0,5 мс с интервалом между импульсами 5—10 мин. Максимальная плотность мощности в середине плазменного потока достигала величины 1 ГВт/м<sup>2</sup>. Толщина покрытия на различных участках поверхности составляла от 20 до 40 мкм. Описываются модификация поверхностных слоев и трансформация покрытия при повышенных температурах в процессе импульсного плазменного облучения в течение четырех последовательных серий импульсов. Показано, что покрытие карбида бора выдержало полный цикл испытаний при облучении 100 импульсами плазмы с максимальной плотностью мощности 1 ГВт/м<sup>2</sup>. На поверхности покрытия не обнаружено значительных разрушений, а оставшийся после завершения испытаний слой покрытия сохранил кристаллическую структуру  $B_4C$  по всей зоне облучения на глубину поверхности не менее 2 мкм.

**Ключевые слова:** карбид бора, покрытие, плазма, облучение.

## BORON CARBIDE PROTECTIVE COATING UNDER IRRADIATION BY QSPA-T INTENSIVE PLASMA FLUXES

O.I. Buzhinskij<sup>1</sup>, V.A. Barsuk<sup>1</sup>, L.B. Begrambekov<sup>2</sup>, N.S. Klimov<sup>1,2</sup>, V.G. Otroshchenko<sup>1</sup>, A.B. Putric<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research (TRINITI), Troitsk, Moscow, Russia

<sup>2</sup>National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

The effect of the QSPA-T pulsed plasma irradiation on the crystalline boron carbide  $B_4C$  coating was examined. The duration of the rectangular plasma pulses was 0.5 ms with 5—10 min interval between pulses. The maximal power density in the central part of plasma stream was 1 GW/m<sup>2</sup>. The coating thickness varies from 20 to 40  $\mu$ m on the different surface areas. Modification of the surface layers and coating transformation at the elevated temperature under plasma pulse irradiation during four successive series of impulses are described. It is shown that boron carbide coating withstood all test cycle by plasma irradiation total amount of 100 pulses with peak power density 1 GW/m<sup>2</sup>. Constitutive surface deterioration was not detected and boron carbide coating kept crystal structure  $B_4C$  throughout irradiation zone at the surface depth no less 2  $\mu$ m.

**Key words:** boron carbide, coating, plasma, irradiation.

### ВВЕДЕНИЕ

Многочисленные эксперименты, выполненные на различных плазменных установках и в токамаках, показали, что покрытие из кристаллического карбида бора в большой степени отвечает основным требованиям, предъявляемым к свойствам материалов, используемых для непосредственно взаимодействующих с плазмой элементов установок УТС, в том числе и для ИТЭР. Основные технические характеристики кристаллического карбида бора  $B_4C$ , осажденного на графиты МПГ-8 и РГТ, особенно низкие коэффициенты эрозии при облучении, малая способность к поглощению изотопов водорода, стойкость при высоких термических и радиационных нагрузках и др. наглядно были продемонстрированы в экспериментах при облучении электронными и ионными пучками (при тепловых нагрузках 1,1—1,3 ГВт/м<sup>2</sup>) в Национальной лаборатории Сандия [1], на плазменной пушке PLADIS в Университете Нью-Мексико [2], в диверторной плазме токамака DIII-D [3, 4] и на токамаках T-10 и T-11M [5, 6]. Во всех экспериментах покрытие сохраняло свою целостность, химический состав и структуру, никаких разрушений поверхности не зафиксировано. Следует отметить, что до настоящего времени не проводилось последовательного изучения воздействия плазменных потоков большой плотности мощности на покрытия кристаллического карбида бора  $B_4C$  и соответствующих ресурсных испытаний покрытия до полной деградации при облучении плазмой в экстремальных режимах. В настоящее время подробная информация о поведении покрытия под воздействием мощных плазменных потоков необходима для выбора материала возобновляемого защитного покрытия тайлов дивертора из вольфрама для ИТЭР и покрытий для альтернативных защитных материалов для других установок.

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты по облучению покрытия В<sub>4</sub>С плазменным потоком проводили на установке КСПУ-Т, которая представляет собой одноступенчатый коаксиальный сильноточный плазменный ускоритель с собственным магнитным полем. Ускорение плазмы происходит между двумя коаксиальными электродами, к которым приложено электрическое напряжение от источника питания, а в зазор между электродами постоянно подаётся плазмообразующий газ. При постоянной подаче газа длительность плазменного потока определяется временем существования напряжения на электродах. Установка КСПУ-Т используется в основном для проведения ресурсных испытаний теплозащитных материалов, а также для исследования механизмов и продуктов эрозии. Исследуемые образцы устанавливаются на расстоянии 60 см от электродов ускорителя.

Облучение проводилось при нормальном падении потока плазмы по общей схеме, представленной на рис. 1. Мишень толщиной 20 мм изготовлена из двух моноблоков графита МПГ-8 трапециевидной формы размером 55×120 мм с покрытием кристаллического В<sub>4</sub>С, полученным методом CVD (газовое осаждение с применением химических реакций при высокой температуре). Внешний вид мишени, закреплённой на держателе винтами, представлен на рис. 2. Поскольку при проведении ресурсных испытаний защитных покрытий, облучаемых мощным потоком плазмы, эрозия материала растёт практически линейно с длительностью плазменного воздействия [7], то в программе работ запланировано проведение последовательных серий облучений потоком водородной плазмы вплоть до полного удаления покрытия. Длительность прямоугольного импульса плазмы составляла 0,5 мс с промежутками между импульсами 5—10 мин. Плотность энергии на поверхности мишени на оси потока составляла 0,5 МДж/м<sup>2</sup> в импульсе и спадала с расстоянием по закону Гаусса. Таким образом, плотность мощности облучения на оси потока  $0,5 \text{ МДж/м}^2 / 0,5 \text{ мс} = 1 \text{ ГВт/м}^2$  примерно соответствовала предполагаемой средней мощности ЭЛМов ИТЭР [8]. На рис. 3 представлен профиль распределения тепловой нагрузки (плотности энергии) по поверхности мишени. Методика измерения пространственного распределения плотности энергии плазменного потока на мишени описывается в статье [9].

Импульсное облучение было проведено последовательно четырьмя сериями (общее количество в серии по нарастаю 3, 15, 50 и 100 импульсов). Анализ поверхности и химического состава покрытия проводили методом растровой электронной микроскопии, рентгеновского энергодисперсионного микроанализа (EDX) и рентгеноструктурного анализа.

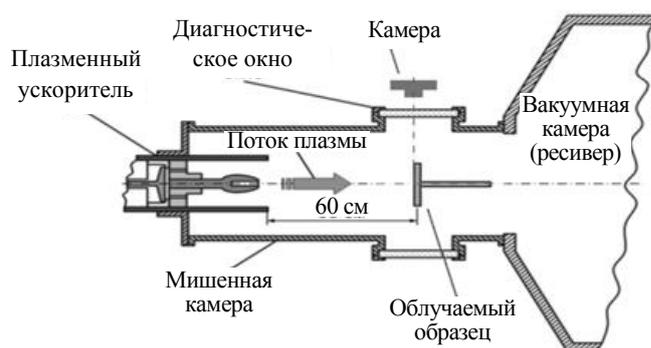


Рис. 1. Общая схема облучения мишени на установке КСПУ-Т



Рис. 2. Внешний вид мишени

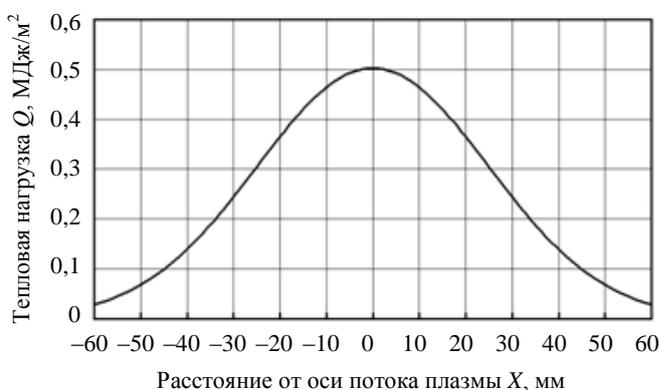


Рис. 3. Распределение плотности энергии по сечению потока плазмы

## РЕЗУЛЬТАТЫ ОБЛУЧЕНИЯ В КСПУ-Т

Поверхность покрытия  $B_4C$  на мелкозернистом графите МПГ-8, полученного методом высокотемпературного газофазного осаждения с применением химических реакций, показана на рис. 4, *а*. На поверхности наблюдаются зёрна со средним размером  $\sim 5$  мкм, ориентированные случайным образом. На поперечном сечении покрытия (рис. 4, *б*) до облучения различается плотный непрерывный нижний слой

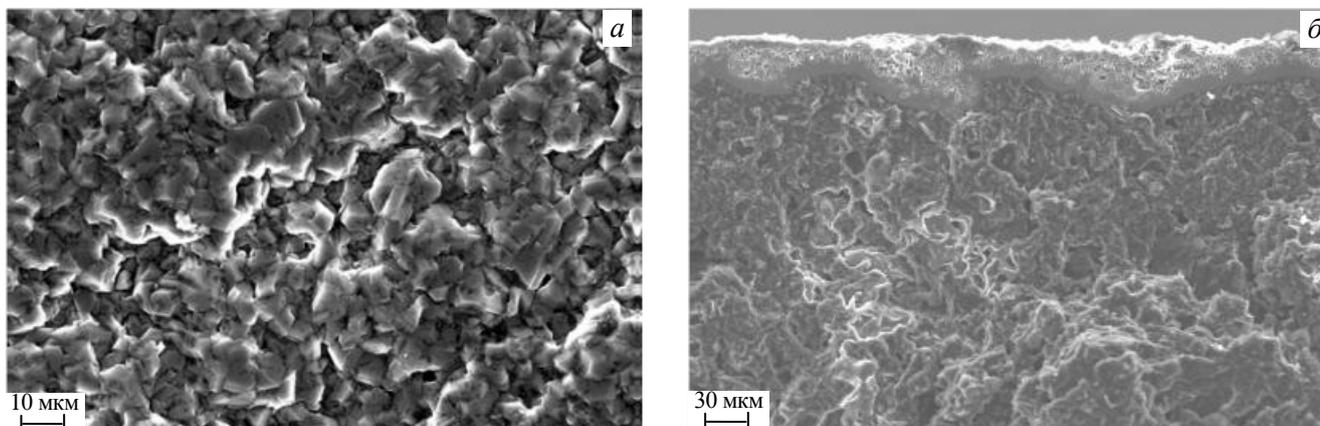


Рис. 4. Покрытие карбида бора  $B_4C$  перед облучением плазмой КСПУ-Т: *а* — поверхность верхнего слоя покрытия; *б* — поперечное сечение покрытия

толщиной 7—12 мкм, выше которого находится пористый верхний слой толщиной от 10 до 30 мкм. Общая толщина покрытия составляет 20—40 мкм на разных участках. Происхождение двух слоёв покрытия различной структуры связано с отклонениями в технологическом процессе осаждения при изготовлении используемых заготовок для опытной партии диверторных пластин.

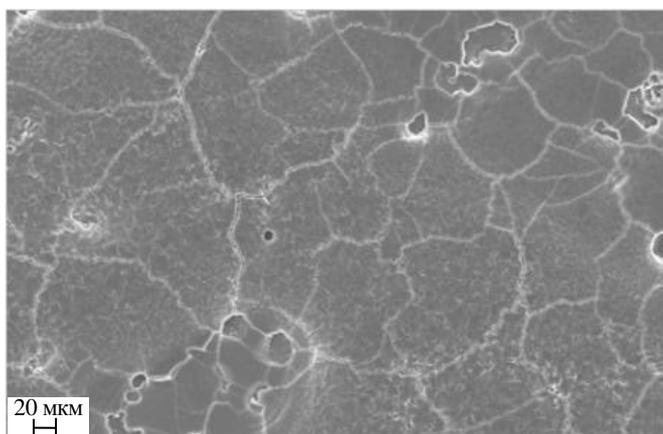


Рис. 5. Сплошной плотный поликристаллический слой на поверхности покрытия  $B_4C$  после трёх импульсов плазмы КСПУ-Т

После трёх импульсов облучения плазмой КСПУ-Т частично изолированные микрокристаллы верхнего слоя трансформировались в гладкий сплошной поликристаллический слой с плоской поверхностью (рис. 5). Ограниченное количество тонких трещин, возникших при затвердевании после оплавления поверхностного слоя покрытия, осталось между отдельными микрокристаллами. Модификация поверхности происходила на всей поверхности облучения, несмотря на то, что плотность мощности облучения на различных участках поверхности могла изменяться от 1,0 до 0,2 ГВт/м<sup>2</sup>.

Облучение 15 импульсами плазмы КСПУ-Т приводит путём трансформации поверхностного слоя к окончательной модификации покрытия, которое в дальнейшем остаётся практически неизменным после 50 и 100 импульсов. Верхний слой не сохраняется сплошным. Хотя он всё ещё покрывает некоторые участки поверхности, но значительная её часть собирается в отдельные изолированные островки, распределённые случайным образом по поверхности нижнего слоя (рис. 6, *а*). На участках поверхности, облучённых

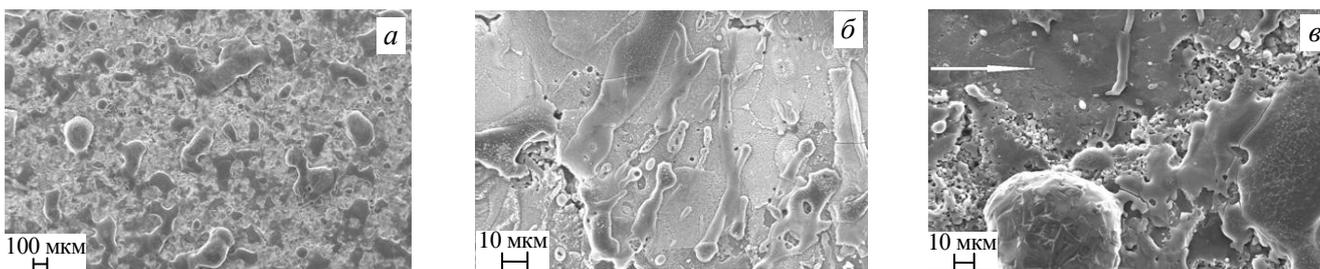


Рис. 6. Покрытие  $B_4C$  после 100 импульсов КСПУ-Т: *а* — островки верхнего слоя на поверхности нижнего слоя; *б* — вытянутые продолговатые островки верхнего слоя; *в* — впадина в нижнем слое (по стрелке)

плазмой с более высокой плотностью мощности, островки вытягиваются в направлении уменьшения плотности мощности облучения (рис. 6, б). Предполагается, что верхний слой расплавляется под облучением и затем застывает в виде островков (капель). Толщина островков нижнего слоя после 100 импульсов облучения не превышает нескольких микрон после почти полной эрозии верхнего слоя. Соотношение В:С (отношение атомарных концентраций бора и углерода) для фрагментов верхнего слоя находится в пределах между 4,0 и 2,7, а для нижнего слоя от 2,7 до 1,7. Нижний слой остаётся сплошным на большей части поверхности. Можно предположить, что впадины на нижнем слое, отмеченные стрелкой (рис. 6, в), появляются на участках с малой толщиной, которые образуются при осаждении покрытия, или появляются из-за того, что отдельные дефекты на поверхности графита препятствуют формированию слоя покрытия с соответствующей адгезией к графиту. Расплавление слоя В<sub>4</sub>С, осадённого на графит МПГ-8 с низкой теплопроводностью, под действием импульсов плазмы КСПУ-Т высокой плотностью мощности было вполне ожидаемым. Расчёты показали, что из-за низкой теплопроводности графита температура на поверхности покрытия превышает 2400 К даже на участках поверхности, облучённых с наименьшей плотностью мощности на периферии мишени, при этом температура плавления В<sub>4</sub>С составляла около 2600 К. Вместе с тем, несмотря на эрозию большей части нижнего слоя покрытия, оно всё ещё оставалось сплошным и защищало графит от разрушения. Исследование в растровом электронном микроскопе под углом 45° кромки излома с покрытием на образце из центральной зоны облучения мишени показало, что визуально наблюдаются участки исходного плотного нижнего слоя покрытия толщиной 2—5 мкм при облучении 100 импульсами плазмой с плотностью мощности 0,8 ГВт/м<sup>2</sup> (рис. 7, б). Но на участках поверхности покрытия в центре потока, облучённых плазмой с плотностью мощности 1,0 ГВт/м<sup>2</sup>, зафиксированы в основном островки после расплавления поверхностного слоя (рис. 7, а). Величина соотношения В:С в поверхностном слое в зоне облучения на расстоянии 1 см от центра потока плазмы после 100 импульсов находится между 4:1 в островках и около 1:1 в участках с дефектами (рис. 8). Интересно

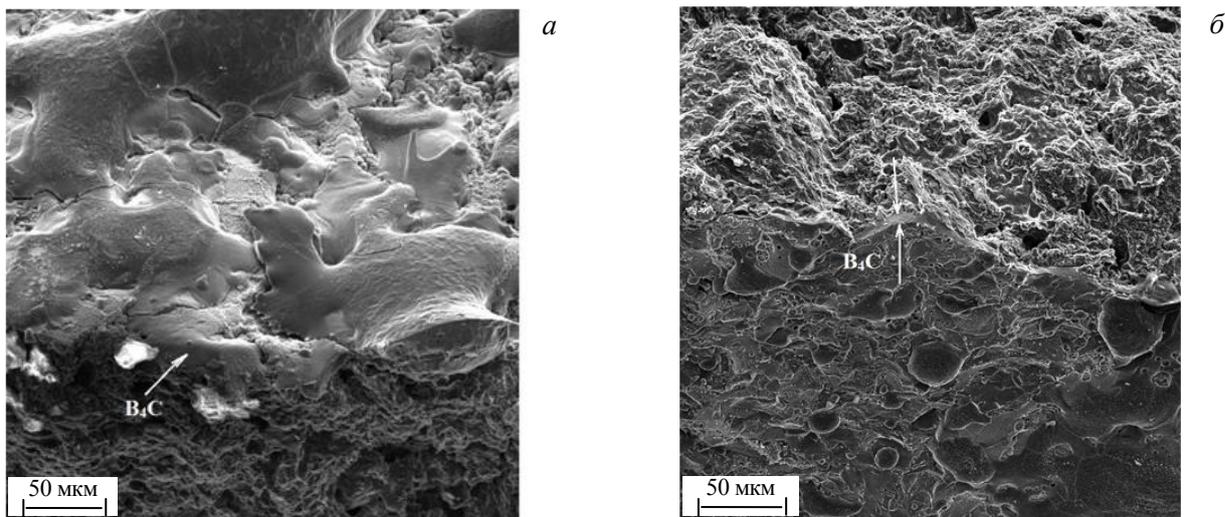


Рис. 7. РЭМ-изображение кромки излома в центре зоны облучения покрытия В<sub>4</sub>С после 100 импульсов плазмы: а — зона облучения с плотностью мощности 1,0 ГВт/м<sup>2</sup>; б — зона облучения с плотностью мощности 0,8 ГВт/м<sup>2</sup>

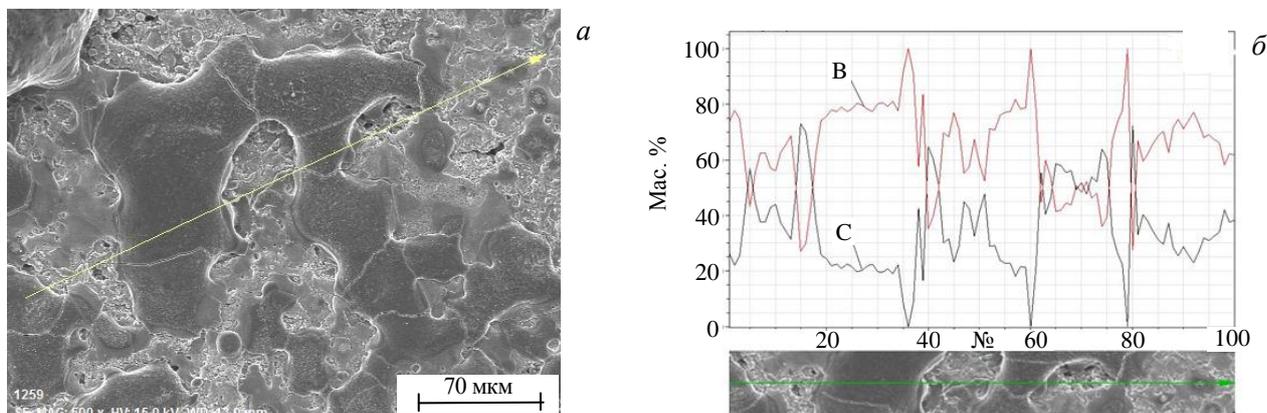


Рис. 8. EDX-спектр участка поверхности: а — фотография поверхности; б — распределение массовой концентрации В и С как результат EDX-анализа и фрагмент снимка вдоль жёлтой стрелки на рис. 8, а

отметить, что поверхность вольфрама, облучённого в тех же условиях 100 импульсами с плотностью мощности 1 ГВт/м<sup>2</sup>, покрывается сетью трещин. Ширина трещин составляет от 2 до 20 мкм, и они распространяются на глубину поверхности до 1 мм.

Для рентгеновского дифракционного анализа с целью определения кристаллической структуры покрытия после завершения испытаний из облучённого плазмой моноблока была вырезана по центру полоса шириной 8 и толщиной 5 мм по направлению от поверхности в глубь образца. Полоса из графита с покрытием была разломана на шесть образцов по всей длине через каждый 1,0 см. Таким образом, получены образцы участков поверхности с разной интенсивностью воздействия плазменного потока. Середина первого образца находилась на расстоянии 0,5 см от центра плазменного потока, самого дальнего — на расстоянии 5,5 см от центра. Кристаллическую структуру и фазовый состав покрытия исследовали с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3 на фильтрованном излучении Co, линии K<sub>α</sub>. Типичная дифрактограмма поверхности образца (обозначение: графит + В<sub>4</sub>С — расстояние от центра плазменного потока) после облучения 100 импульсами плазмы КСПУ-Т приведена в табл. 1. В таблице указаны следующие параметры: 2θ — брэгговский угол дифракции; I — интенсивность дифракционной линии в отн. ед.; I/I<sub>0</sub> — отношение интенсивности линии в % к максимальной; d<sub>эксп</sub> — измеренные межплоскостные расстояния кристаллической решётки; d<sub>табл</sub> — табличные межплоскостные расстояния кристаллической решётки из карты рентгеновской картотеки ASTM 6-555; H, K, L — индексы Миллера.

Из анализа полученных результатов следует, что в данном образце графит + В<sub>4</sub>С — 0,5 см (от центра потока плазмы) идентифицированы кристаллические фазы В<sub>4</sub>С и графита.

Т а б л и ц а 1. Дифрактограмма образца графит + В<sub>4</sub>С — 0,5 см (от центра потока плазмы) после облучения 100 импульсами плазмы КСПУ-Т\*

№	2θ	I	I/I <sub>0</sub>	d <sub>эксп</sub>	d <sub>табл</sub>	H, K, L	Фаза	Примечание
1	22,86	2,0	0,5	4,5168	4,49	101	В <sub>4</sub> С	ASTM 6-555
2	25,60	15,0	4,1	4,0402	4,02	003	В <sub>4</sub> С	
3	27,28	10,0	2,7	3,7957	3,79	012	В <sub>4</sub> С	
4	30,64	370,0	100,0	3,3879	3,36	002	С-графит	ASTM 6-555
5	40,78	80,0	21,6	2,5691	2,57	104	В <sub>4</sub> С	
6	44,14	18,0	4,9	2,3823	2,38	021	В <sub>4</sub> С	
7	49,62	26,0	7,0	2,1332	2,13	100	С-графит	
8	52,00	25,0	6,8	2,0419	2,03	101	С-графит	
9	63,00	7,0	1,9	1,7131	1,714	205	В <sub>4</sub> С	
10	64,00	19,0	5,1	1,6891	1,678	004	С-графит	
11	76,60	3,0	0,8	1,4442	1,446	018	В <sub>4</sub> С	
12	79,35	2,0	0,5	1,4020	1,403	220	В <sub>4</sub> С	
13	90,70	3,0	0,8	1,2582	1,261	306	В <sub>4</sub> С	
14	93,18	30,0	8,1	1,2322	1,232	110	С-графит	
15	101,30	11,0	3,0	1,1575	1,158	112	С-графит	

\*Режим съёмки: излучение Co, линия K<sub>α</sub> (λ = 1,79021 Å); ускоряющее напряжение 30 кВ; ток 40 мА; щель 1—2,0 мм и 2—0,1 мм; щель горизонтальная 6,0 мм; диапазон 1000; фильтр есть.

Для оценки количественного соотношения фаз графита и карбида бора в приповерхностном слое образцов использовали отношение интенсивностей рентгеновских линий 021 для В<sub>4</sub>С и 100 для графита (близко расположенных на дифрактограмме). Соответствующие данные представлены в табл. 2. Отметим, что в этой области углов отражения площадь исследуемой поверхности составляет ~5×5 мм.

Т а б л и ц а 2. Зависимость соотношения интенсивностей дифракционных линий от расстояния от центра потока плазмы до середины облучённого образца

Расстояние от центра потока до середины образца, см	0,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	Исходный образец
I <sub>021</sub> (В <sub>4</sub> С)/I <sub>100</sub> (С-графит)	0,69	0,80	1,12	1,35	1,64	1,90	4,0

Видно, что по мере приближения к центральной зоне облучения от периферии мишени интенсивность фазы кристаллического В<sub>4</sub>С по сравнению с графитом естественным образом снижается из-за уменьшения толщины покрытия за счёт эрозии при облучении плазмой. Однако даже в зоне с максимальной плотностью мощности облучения оставшееся покрытие сохраняет кристаллическую структуру В<sub>4</sub>С, а не является аморфным.

Интересно, что интенсивность всех линий графита по мере удалённости от центра потока падает (в соответствии с большей толщиной остающегося покрытия В<sub>4</sub>С), но интенсивности линий фазы В<sub>4</sub>С ве-

дут себя не одинаково, что связано с перекристаллизацией оплавленного слоя покрытия и возникновением при затвердевании определённой текстуры. Несмотря на существенное перераспределение интенсивностей линий В<sub>4</sub>С на различных участках, в целом содержание В<sub>4</sub>С как фазы на всей поверхности мишени радикально не меняется. Если на самом большом расстоянии от центра потока сохраняется сплошное покрытие толщиной до 20 мкм, то вблизи центра потока основной вклад в интенсивность линий В<sub>4</sub>С вносят каплевидные островки оплавленного и перекристаллизованного материала. Участки сплошной плёнки здесь не превышают 2—5 мкм при толщине исходного покрытия 20—40 мкм.

## ВЫВОДЫ

На установке КСПУ-Т выполнено тестовое облучение покрытия кристаллического В<sub>4</sub>С на графите 100 импульсами плазмы с экстремально высокой плотностью мощности до 1 ГВт/м<sup>2</sup>. Покрытие карбида бора в процессе испытаний при сверхвысоких тепловых нагрузках подверглось существенной трансформации, но сохранило кристаллическую структуру В<sub>4</sub>С на всей поверхности в зоне облучения. После 100 импульсов плазмы на отдельных участках покрытия всё ещё сохранился исходный сплошной плотный слой В<sub>4</sub>С толщиной не менее 2 мкм даже в центральной области облучения с плотностью мощности не менее 0,8 ГВт/м<sup>2</sup>. Результаты ресурсных испытаний при облучении высокоэнергетическими потоками плазмы показывают, что покрытие кристаллического В<sub>4</sub>С является перспективным защитным покрытием для диверторных тайлов ИТЭР, особенно с учётом возможности его возобновления непосредственно в плазме токамака.

Авторы выражают искреннюю признательность профессору Э.А. Азизову за плодотворные дискуссии, постоянный интерес и поддержку в работе.

## REFERENCES

1. Buzhinskij O.I., Opimach I.V., Barsuk V.A. et al. — J. Nucl. Mater., 1995, vol. 220—222, pp. 922—925.
2. Buzhinskij O.I., Barsuk V.A., Opimach I.V. et al. — Ibid., 1996, vol. 233—237, pp. 787—790.
3. Skorodumov B.G., Buzhinskij O.I., West W.P. et al. — Ibid., pp. 1107—1112.
4. Whyte D.G., Bastasz R., Brooks J.N. et al. — Ibid., 1999, vol. 266—269, pp. 67—73.
5. Buzhinskij O.I., Barsuk V.A., Kovan I.A., Otroshchenko V.G. — Plasma Devices and Operation, 2003, vol. 11, № 4, pp. 243—249.
6. Barsuk V.A., Buzhinskij O.I., Vershkov V.A. et al. — J. Nucl. Mater., 1992, vol. 191—194, pp. 1417—422.
7. Arkhipov N.I., Bakhtin V.P., Vasenin S.G. et al. — Fizika plazmy (Plasma Physics), 2001, vol. 27, № 3, pp. 243—249 (in Russian).
8. Loewenhoff Th., Durger A., Linke J., Pibchuk G., Schmidt A., Singheiser L. — Phys. Scr., 2011, vol. 145, p. 014057.
9. Klimov N.S., Podkovyrov V.L., Zhitlukhin A.M. et al. — VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2009, vol. 2, pp. 52—61 (in Russian).

## AUTHORS

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

**Barsuk V.A.** State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia;

**Begrambekov L.B.** National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia; lbb@plasma.mephi.ru

**Klimov N.S.** State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia; National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia; klimov@triniti.ru

**Otroshchenko V.G.** State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia;

**Putrik A.B.** State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia; putrik@triniti.ru

Received 26 March 2015  
Problems of Atomic Science and Technology  
Ser. Thermonuclear Fusion, 2015, vol. 38, issue 2, pp. 32—37.