

ОУДК 620.16 533.9.07.533.924

КАРБИД БОРА КАК ЗАЩИТНЫЙ МАТЕРИАЛ КОНТАКТИРУЮЩИХ С ПЛАЗМОЙ ЭЛЕМЕНТОВ ПЛАЗМЕННЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК

*Л.Б. Беграмбеков, А.А. Айрапетов, А.В. Грунин, С.С. Довганюк, Я.А. Садовский**Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия*

В статье приводятся свойства карбида бора и его покрытия, представляющиеся важными для контактирующего с плазмой материала термоядерных установок. Описаны основные этапы нанесения покрытия карбида бора (B_4C) с использованием карборана ($C_2B_{10}H_{12}$) в качестве исходного материала. Показано, что B_4C не распыляется «химическим механизмом». Скорость распыления B_4C в 3—4 раза, а эмиссия атомов углерода в 15—20 раз меньше, чем графита, и слабо меняются до 1500 К. Захват ионов изотопов водорода в покрытие B_4C стремится к насыщению при дозах облучения около $7 \cdot 10^{23}$ ат./м². Предложен способ низкотемпературной «детритизации» покрытия. Кондиционирование покрытия облучением ионами водорода с энергией 50 эВ оставило в нём $\approx 8\%$ внедрённых ионов дейтерия. Приводятся результаты нескольких циклов термоциклирования покрытий. В частности, покрытие B_4C толщиной 5 мкм на вольфраме до 2000 К сохраняло состав В:С $\approx 3,8:1$, плавилось в диапазоне 2500—3670 К, изменяло состав до В:С $\approx 1,2:1$, но оставалось сплошным, без отслоений. Приводятся результаты улучшения параметров плазмы после нанесения покрытия карбида бора на первую стенку токамака Т-11М и в установке PISCES-B. Скорость напыления покрытий достигала 30 нм/с. Сообщается о возможности плазмохимического преобразования в газ и удаления из установок продуктов эрозии карбида бора.

Ключевые слова: ИТЭР, ТРТ, токамак, первая стенка, дивертор, карбид бора, защитное покрытие, напыление, распыление, захват, изотопы водорода, дейтерий, тритий.

BORON CARBIDE AS A PROTECTIVE MATERIAL FOR PLASMA FACING ELEMENTS OF PLASMA AND THERMONUCLEAR INSTALLATIONS IN CONTACT WITH PLASMA

*L.B. Begrambekov, A.A. Airapetov, A.V. Grunin, S.S. Dovganyuk, Ya.A. Sadovsky**National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia*

The paper presents the properties of boron carbide and its coating, which seem important for the plasma facing material in thermonuclear installations. The basic steps for boron carbide (B_4C) coating using carborane ($C_2B_{10}H_{12}$) as the initial material are reported. It has been shown that is not susceptible «to chemical sputtering». The sputtering rate of B_4C is 3—4 times, and the emission of carbon atoms is 15—20 times less than that of graphite and changes slightly up to 1500 K. The trapping of hydrogen isotope ions into the B_4C coating tends to saturation at irradiation doses of about $7 \cdot 10^{23}$ at/m². A method for low-temperature «detritization» of the coating is proposed. Conditioning the coating by irradiating it with hydrogen ions with an energy of 50 eV left $\approx 8\%$ of the introduced deuterium ions in it. The results of several cycles of thermal cycling of coatings are presented. In particular, a B_4C coating with a thickness of 5 microns on tungsten up to 2000 K retained the composition В:С $\approx 3,8:1$, melted in the range of 2500—3670 K and changed the composition to В:С $\approx 1,2:1$, but remained continuous, without peeling. The results of improving plasma parameters after deposition a boron carbide coating to the first wall of the T-11M tokamak and in the PISCES-B installation are presented. The coating deposition rate reached 30 nm/sec. The possibility of plasma-chemical conversion into gas and removal of boron carbide erosion products from installations is reported.

Key words: ITER, TRT, tokamak, first wall, divertor, boron carbide, protective coating, deposition, sputtering, trapping, hydrogen isotopes, deuterium, tritium.

DOI: 10.21517/0202-3822-2024-47-1-54-64

ВВЕДЕНИЕ

Вопрос первой стенки термоядерной установки — один из вопросов, волнующих инженерно-научное сообщество в течение всей истории развития термоядерных исследований [1, 2]. В случае с ИТЭР вопрос о контактирующих с плазмой материалах окончательно не решён. В настоящее время рассматривается возможность отказаться от бериллия на первой стенке плазменной камеры и использовать вольфрам как в диверторе ИТЭР, так и на первой стенке [3]. При этом необходимо будет иметь защитное покрытие на первой стенке, а возможно, и в диверторе.

Перспективным материалом для защитного покрытия в ИТЭР для существующих и создающихся термоядерных установок, в частности, для токамака с реакторными технологиями (ТРТ, Россия) [4], можно считать карбид бора. Важной отличительной особенностью покрытия карбида бора является воз-

возможность его нанесения на контактирующую с плазмой поверхность и возобновления в течение разряда токамака.

В статье приводятся выявленные к настоящему времени свойства карбида бора и его покрытия, которые представляются важными для контактирующего с плазмой материала термоядерных установок. Описываются особенности формирования покрытия карбида бора на контактирующих с плазмой материалах термоядерных установок и результаты его использования в этом качестве.

Исходным материалом для нанесения покрытия карбида бора является невзрывоопасный, неядовитый и негорючий кристаллический порошок карборан [5, 6]. Карборан — это кристаллы состава $C_2B_{10}H_{12}$ с температурой плавления 370 К. Температура сублимации из дозатора для ввода паров в термоядерную установку 300—450 К. Пары карборана напускаются в рабочий разряд токамака. Молекулы карборана полностью диссоциируют. Водород почти полностью откачивается. Атомы бора и углерода оседают на поверхность плазменной камеры и образуют покрытие кристаллического карбида бора B_4C .

СВОЙСТВА КАРБИДА БОРА И ЕГО ПОКРЫТИЯ, ВАЖНЫЕ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В КАЧЕСТВЕ ЗАЩИТНОГО МАТЕРИАЛА КОНТАКТИРУЮЩИХ С ПЛАЗМОЙ ЭЛЕМЕНТОВ РАЗРЯДНОЙ КАМЕРЫ ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК

Распыление карбида бора ионами плазмы. Зависимость коэффициента распыления карбида бора ионами водорода и дейтерия от энергии ионов показана на рис. 1, а [7—9]. Видно, что расчётные значения совпадают с экспериментальными данными в достаточно большом диапазоне энергий. Зависимость коэффициента распыления от температуры по сравнению с рядом материалов, рассматриваемых и/или использовавшихся в качестве защитных материалов термоядерных установок, показана на рис. 1, б [9]. Видно, что скорость распыления карбида бора практически не возрастает в области температуры активного химического распыления графита и слабо меняется вплоть до 1600 К.

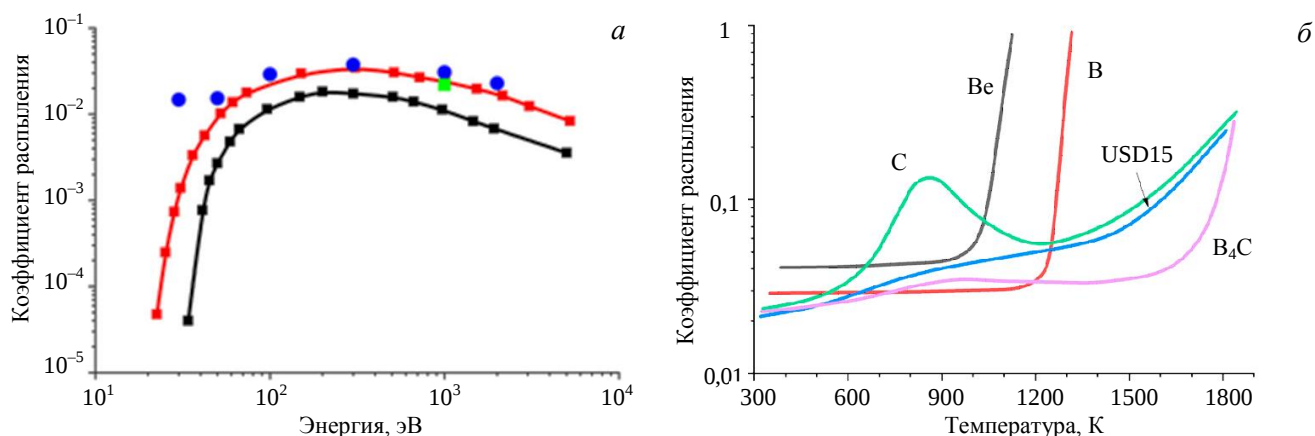


Рис. 1. Зависимость распыления карбида бора ионами водорода и дейтерия от энергии ионов [7—9]: —■— H, расч. [7], —■— D, расч. [7], —●— D, эксп. [8], —■— D, эксп. [9] (а) и распыления карбида бора и других материалов ионами дейтерия с энергией 1 кэВ/ат. от температуры [9]: — C, — Be, — B, — USD15, — B_4C (б)

Химическое распыление графита при облучении высокоэнергичными ионами водорода (см. рис. 1, б) происходит в области температуры 700—1100 К за счёт образования молекул CH_4 . Температура десорбции этих молекул определяется тем, что максимум их распределения в графите находится на глубине внедрения ионов и их десорбция становится возможной только в результате диффузии к поверхности по порам, образующимся при эмиссии удерживаемых в графите внедрённых атомов водорода. При сравнительно низкой энергии облучающих ионов «химическое» распыление графита с коэффициентом распыления, близким к его значению в области температуры 700—1100 К, осуществляется вплоть до температуры, сравнимой с комнатной, за счёт молекул CH_3 , образующихся в приповерхностном слое графита.

Это обстоятельство позволяет считать, что коэффициент распыления покрытия карбида бора в условиях первой стенки токамака также будет в 3—4 раза меньше, чем графита. Следует также учесть, что при распылении карбида бора только каждый пятый из эмитируемых с поверхности атомов является

атомом углерода. В результате совокупное число поступающих в плазму атомов углерода с поверхности карбида бора оказывается в 15—20 раз меньше, чем при распылении «графитовой первой стенки».

Установка для формирования и исследования покрытия карбида бора. Эксперименты, посвящённые исследованию закономерностей процессов, вызываемых различными воздействиями на карбид бора, проводились с образцами покрытия на графите и вольфраме, осаждёнными на установке СОПТМАТ (НИЯУ МИФИ, Москва), предназначенной для нанесения покрытий, облучения, термоциклирования и распыления материалов и покрытий импульсными и постоянными пучками ионов высокой плотности мощности (в настоящее время до 270 МВт/м^2). Фотография и схемы установки показаны на рис. 2 [10—12]. В экспериментах использовалось покрытие карбида бора состава $\text{B/C} = 3,6\text{—}4,0$ и толщиной 2—5 мкм, сформированное осаждающимися на поверхность графита или вольфрама атомами бора и углерода, распылёнными ионами аргона с мишени.

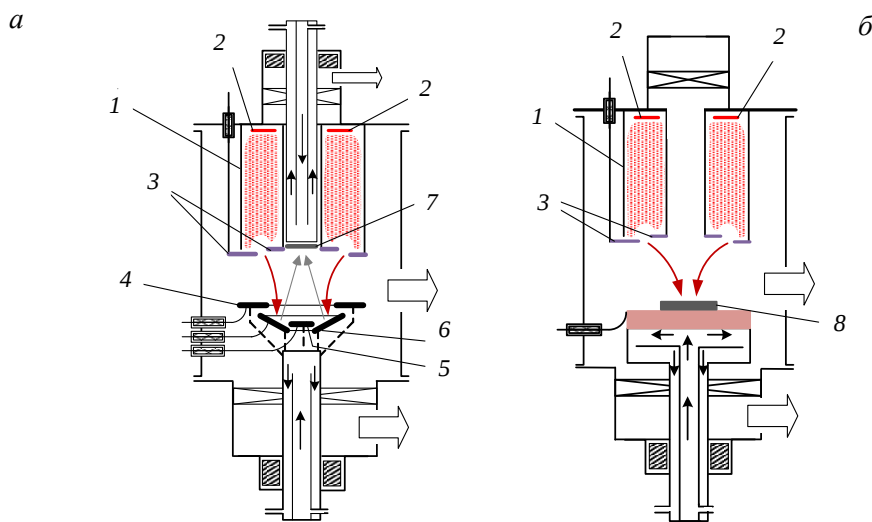


Рис. 2. Общий вид установки СОПТМАТ (а) и схемы установки в режиме напыления и тестирования (б): 1 — плазменная камера; 2 — накаливаемый катод; 3 — анод; 4 — внешний антидинаatronный электрод; 5 — внутренний антидинаatronный электрод; 6 — мишень; 7 — подложка для напыления; 8 — тестируемый образец; ↔ — откатка; ↑ — охлаждение; ↘ — поток ионов; → — поток распылённых атомов

Эксперименты по облучению образцов в плазме для измерения захвата изотопов водорода проводились в установке Многофункциональный исследовательский комплекс масс-спектрометрического анализа «МИКМА» [13]. Установка состоит из трёх последовательно соединённых вакуумных камер (камеры атомарного облучения, камеры плазменного облучения и камеры термодесорбционного анализа) и позволяет облучать исследуемые образцы ионами плазмы, тепловыми атомами и измерять количество десорбируемых из образца частиц методом ТДС. Для перемещения исследуемых образцов между камерами без нарушения вакуума используется вакуумный ввод движения.

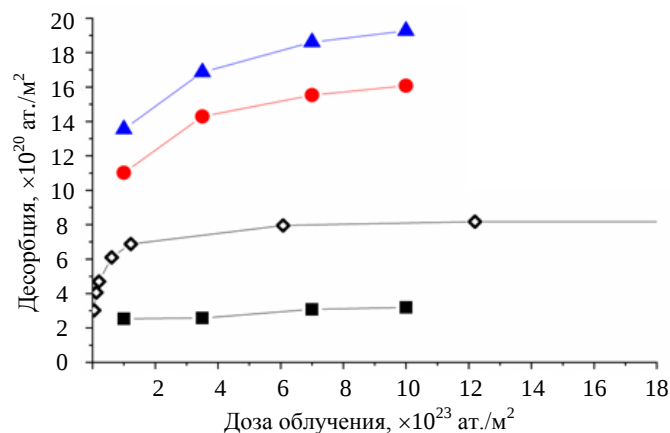


Рис. 3. Дозовая зависимость захвата дейтерия и водорода в покрытие карбида бора и в графит при облучении ионами D_2^+ (энергия 650 эВ/ат., поток $1,8 \cdot 10^{20} \text{ ат./м}^2 \cdot \text{с}$, температура 630 К, давление $8 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$) и захвата водорода при облучении ионами H_2^+ (энергия 100 эВ/ат., поток $2,3 \cdot 10^{20} \text{ Н/(м}^2 \cdot \text{с)}$, температура 470 К); ■ — H_2 ; ● — D_2 ; ▲ — $\text{H} + \text{D}$; ◇ — H

Удержание в карбиде бора изотопов водорода, захваченных при облучении ионами плазмы. Захват и удержание изотопов водорода в «атомарных ловушках». На рис. 3 показаны дозовые зависимости десорбции дейтерия из образцов графита с покрытием карбида бора после облучения ионами дейтерия с энергией 650 эВ/ат. и данные из работы [14] с аналогичной зависимостью при облучении ионами водорода с энергией 100 эВ/ат. Эти графики свидетельствуют о том, что захват изотопов водорода стремится к насыщению при облучении карбида бора на графите в отличие от того, что наблюдается при внедрении ионов водорода в вольфрам. При энергии облучающих ионов 100 и 650 эВ/ат. количество захваченного водорода перестаёт существенно увеличиваться уже при

дозах внедрения около $0,6 \cdot 10^{24}$ ат./м² и $1,0 \cdot 10^{24}$ ат./м² при количестве захваченных атомов $8 \cdot 10^{20}$ ат./м² и $16 \cdot 10^{20}$ ат./м² соответственно. Эти факты свидетельствуют о пренебрежимо малых в условиях этих экспериментов проникновениях внедрённых атомов изотопов водорода из зоны внедрения в глубину карбида бора и в графит.

Следует отметить, что при облучении ионами дейтерия давление остаточного газа ($2 \cdot 10^{-3}$ Па) было на несколько порядков величины меньше давления дейтерия ($8 \cdot 10^{-1}$ Па). Тем не менее захват водорода из остаточного газа оказался всего в несколько раз меньше захвата дейтерия при дозах облучения, близких к насыщающим (см. рис. 3). Большая вероятность захвата водорода является результатом взаимодействия с карбидом бора радикала $\text{OH}^\cdot$, образующегося при диссоциации на облучаемой поверхности молекул воды, составляющих около 80% состава остаточного газа.

Захват и удержание изотопов водорода в составе молекул CH_4 . Дозовая зависимость десорбции метана из карбида бора такая же, как и водорода (рис. 4). Доля водорода, десорбирующегося из карбида бора в составе молекул CH_4 , почти не меняется с дозой облучения и составляет около 16%, что примерно в 2 раза меньше, чем то же соотношение для графита (см. рис. 4) [14]. Причиной этого могут быть большие, чем в карбиде бора, захват водорода и пористость графита. По данным работ [15–16] отношение десорбции дейтерометана к десорбции водорода из карбида бора в 10–30 раз меньше, чем из графита. Этот результат может быть следствием меньшей активизации на поверхности карбида бора, процесса диссоциации молекул воды, обеспечивающего, по-видимому, проникновение «высвобождающихся» атомов водорода через поверхность.

Температурная зависимость десорбции атомов дейтерия, захваченных в карбид бора при облучении ионами плазмы. Спектры ТДС дейтерия из покрытий карбида бора на вольфраме и на графите в значительной степени схожи между собой (рис. 5), в то время как спектры термодесорбции из вольфрама и графита значительно различаются. Эти факты указывают на отсутствие заметных диффузий захваченных атомов дейтерия из покрытия карбида бора в защищаемые материалы и удержания в них.

Разница температур максимумов спектров покрытия и массива карбида бора трудно различима, что говорит о высоком качестве покрытия. В то же время, их существенное отличие от положения максимумов термодесорбции из графита и вольфрама, в свою очередь, отражает факт отсутствия заметного проникновения водорода из покрытия карбида бора в вольфрамовую и графитовую подложки. Различие температур облучения покрытия карбида бора и массива карбида бора объясняет различие низко-температурных частей спектров.

ТДС изотопов водорода, захваченных в покрытие карбида бора при облучении ионами дейтериевой плазмы и затем выдержанных в вакууме, в атмосфере водорода и облучённых атомами и ионами водорода. Образцы графита с покрытием карбида бора облучались ионами дейтериевой плазмы при температуре 630 К аналогично экспериментам с графитом, описанным в [18, 19], а затем выдерживались в течение одного часа при той же температуре в остаточном газе установки, в атмосфере водорода и облучались атомами водорода с тепловыми скоростями и ионами водородной плазмы энергией 50 эВ (рис. 6, а).

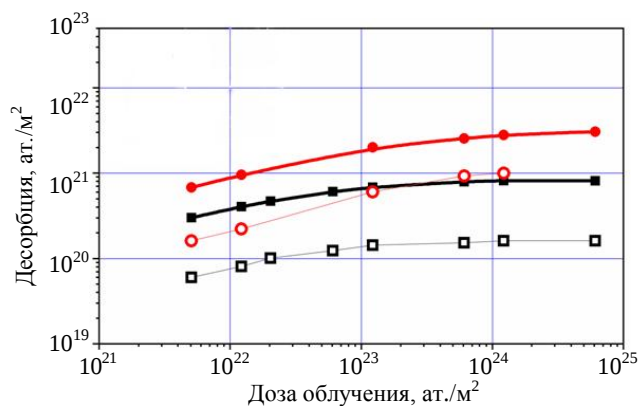


Рис. 4. Дозовая зависимость десорбции H_2 (● — графит, ■ — B_4C) и CH_4 (◐ — графит, ◑ — B_4C) из графита и из B_4C , облучённых ионами водорода (энергия 100 эВ/ат., поток $2,3 \cdot 10^{20}$ Н/(м²·с), температура 470 К) [14]

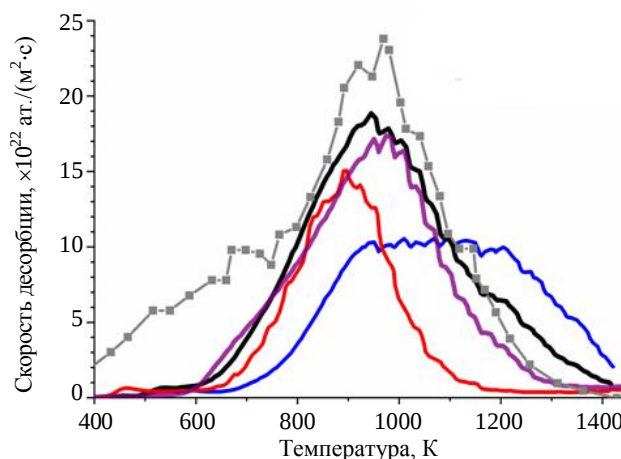


Рис. 5. Спектры термодесорбции атомов дейтерия, захваченных в графит, вольфрам и покрытие карбида бора на графите и вольфраме после облучения ионами дейтерия (энергия 650 эВ/ат., поток $1,8 \cdot 10^{20}$ ат./(м²·с), доза $7 \cdot 10^{23}$ ат./м², температура 630 К), а также в массив карбида бора (энергия 1000 эВ/ат., поток $2,1 \cdot 10^{19}$ ат./(м²·с), доза $2,7 \cdot 10^{22}$ ат./м², температура 300 К) [17]: — графит; — B_4C на графите; — вольфрам; — B_4C на вольфраме; — массив B_4C [17], отн. ед.

Диаграмма (см. рис. 6, а) показывает, что во время каждого из воздействий в течение одного часа происходила десорбция дейтерия из покрытия карбида бора, вырастая в ряду от выдержки в вакууме до

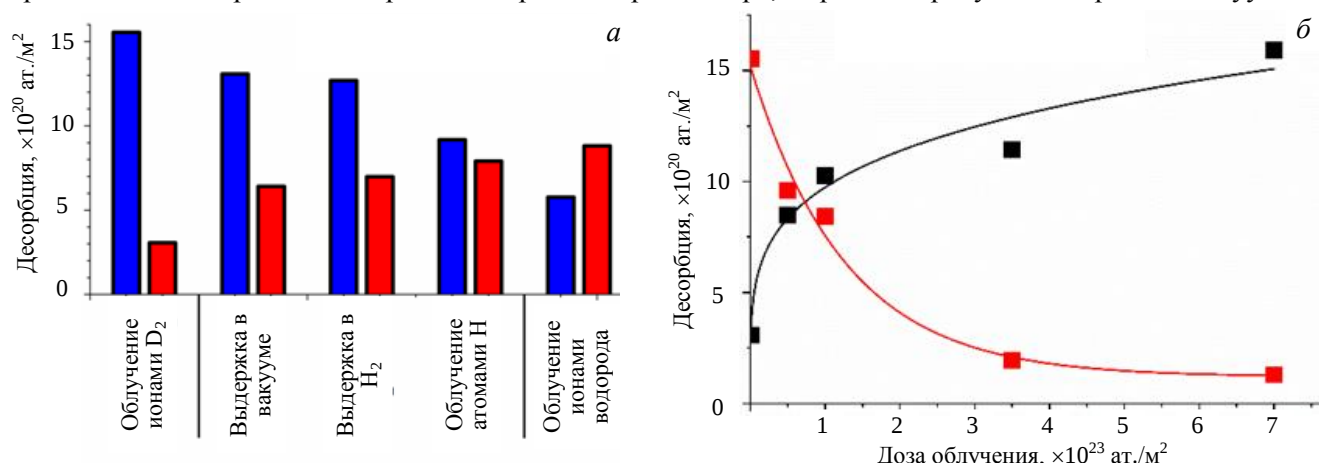


Рис. 6. Термодесорбция изотопов водорода из покрытия карбида бора на графите, облучённого ионами дейтериевой плазмы (энергия 650 эВ, поток $1,8 \cdot 10^{20}$ ат./м²·с, доза $7 \cdot 10^{23}$ ат./м²), и затем выдержанных 1 ч в вакууме (давление $2 \cdot 10^{-3}$ Па), в водороде (давление $8 \cdot 10^{-1}$ Па), облучённых атомами водорода с тепловыми скоростями (1 ч, поток $2,3 \cdot 10^{19}$ Н/(м²·с), доза $8,3 \cdot 10^{22}$ Н/м², давление $8 \cdot 10^{-1}$ Па) и ионами водородной плазмы (55 мин, H₂⁺, энергией 50 эВ/ат., поток $1,5 \cdot 10^{19}$ Н/(м²·с), доза $5 \cdot 10^{22}$ Н/м²) (а) и облучённых ионами водородной плазмы различными дозами (энергией 50 эВ/ат., поток $7,5 \cdot 10^{19}$) (б): ■ — дейтерия, ■ — водорода (а) и десорбция: ■ — дейтерия, ■ — водорода (б)

облучения ионами водорода. Количество водорода в образцах увеличивалось в той же последовательности. При увеличении дозы облучения ионами водорода содержание дейтерия в покрытии продолжало уменьшаться вплоть до 8% при дозе $7 \cdot 10^{23}$ ат./м² (см. рис. 6, б). В то же время увеличивалось в сравнимых количествах удержание водорода, захватываемого из остаточного газа. Можно полагать, что длительное облучение ионами или атомами водорода, так же как и выдержка покрытия карбида бора в вакууме или в атмосфере водорода, приведёт к значительному уменьшению дейтерия в покрытии даже при меньших температурах.

Ни в одном из этих экспериментов, кроме случая ионного облучения, заметного распыления поверхности и образования новых дефектов в покрытии не происходило. Поэтому наблюдаемые изменения содержания изотопов водорода приходится приписать реакциям на поверхности, которые, судя по изменениям состава газов в образцах, наиболее активно проходили под действием облучения ионами водорода. При изменении плотности тока облучающих ионов водорода ($7,5 \cdot 10^{19}$ D/(м²·с) вместо $1,5 \cdot 10^{19}$ D/(м²·с)) или энергии ионов (100 эВ/ат. вместо 50 эВ/ат.) количество десорбировавшегося дейтерия значительно не изменялось.

Спектры термодесорбции на рис. 7, а, б свидетельствуют о захвате водорода компонентов остаточного газа в процессе облучения карбида бора ионами дейтериевой плазмы. Причём распределения захваченных атомов водорода и дейтерия по центрам захвата резко различаются. При облучении ионами роль фактора, облегчающего проникновение водорода остаточного газа через поверхность, по-видимому, водорода из гидроксильных групп, образующихся на облучаемой поверхности, выполняют ионы водорода с сравнительно низкими энергиями (см. рис. 7, б). К сожалению, полученные результаты

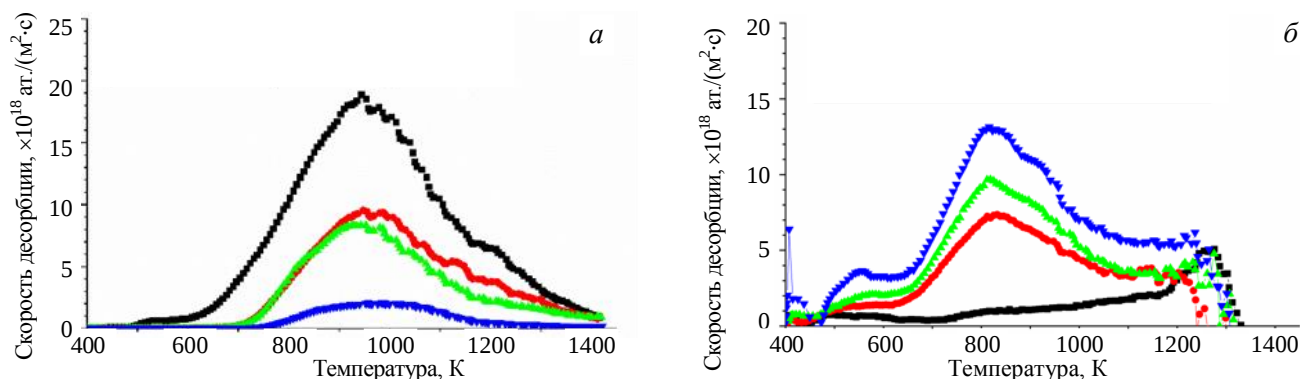


Рис. 7. ТДС-спектры дейтерия (а) и водорода (б) из покрытия карбида бора, облучённого ионами дейтериевой плазмы (энергия 650 эВ, поток $1,8 \cdot 10^{20}$ D/(м²·с), доза $7 \cdot 10^{23}$ D/м²) (■ — имплантация D₂⁺, а затем облучённого ионами водородной плазмы различными дозами (энергия 50 эВ/ат. поток $7,5 \cdot 10^{19}$ Н/(м²·с), температура 630 К) (десорбция: ● — $0,5 \cdot 10^{23}$ Н/м², ▲ — облучение ионами водорода $1 \cdot 10^{23}$ ат./м² и ▼ — $3,5 \cdot 10^{23}$ ат./м²)

не позволяют определить, являются ли различия положений главных максимумов и форм части спектров термодесорбции дейтерия и водорода примерно в диапазоне 650—1100 К следствием различий их энергий, или определённую роль в этом играет также захват водорода остаточного газа при облучении ионами водорода.

ПОВЕДЕНИЕ ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА ПРИ ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИИ

Формирование покрытия карбида бора на графите и на вольфраме и термоциклирование подготовленных образцов проводились в установке СОПТМАТ. Покрытие карбида бора на вольфрамовой подложке толщиной 5 мкм облучалось ионами H_2^+ в циклическом режиме. Энергия ионов составляла 5,5 кэВ/ат., плотность тока ионов $3 \cdot 10^2 \text{ A/(м}^2 \cdot \text{с)}$. Время облучения составляло 10 с, время остывания — 100 с. Во время облучения покрытие нагревалось до 1400 °С и между циклами остывало до 400 °С. Всего было проведено 30 циклов облучения. Полная доза облучения составила примерно $3 \cdot 10^{23} \text{ ат./м}^2$.

За время испытания распылился слой толщиной ≈ 2 мкм. Покрытие после облучения сохранило целостность. На покрытии не наблюдалось трещин и отслоений после облучений. Средняя толщина распылённого слоя составила ≈ 2 мкм. Эрозия поверхности происходила неравномерно, и на поверхности появились поры размером 0,05—0,2 мкм.

ОБЛУЧЕНИЕ ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА НА ВОЛЬФРАМЕ И НА ГРАФИТЕ ПОТОКАМИ ПЛАЗМЫ БОЛЬШОЙ МОЩНОСТИ

Облучение покрытия карбида бора на вольфраме потоками плазмы большой мощности в токамаке Т-10М. Для испытаний в токамаке Т-10М (НИЦ «Курчатовский институт», Москва) был подготовлен в установке СОПТМАТ образец вольфрама размером 15×15×1 мм с покрытием карбида бора толщиной 5 мкм [20]. Состав полученного покрытия был близок к стехиометрическому, трещин, отслоений и других признаков нарушения адгезии к подложке не наблюдалось. Образец размещался в держателе диагностического ввода токамака Т-10М и облучался в течение 10 разрядов токамака. Мощность теплового потока при облучении в среднем составляла 1—2 МВт/м². Однако анализ показал, что результаты воздействия плазмы на образец (рис. 8) обеспечивались не регулярными разрядами токамака, а воздействием плазмы одного из типов в переходных процессах. Максимальный поток мощности облучения длительностью около 300 мс составлял, согласно анализу, примерно 100 МВт/(м²·с), приходился на угол образца и привёл к его плавлению и удалению.

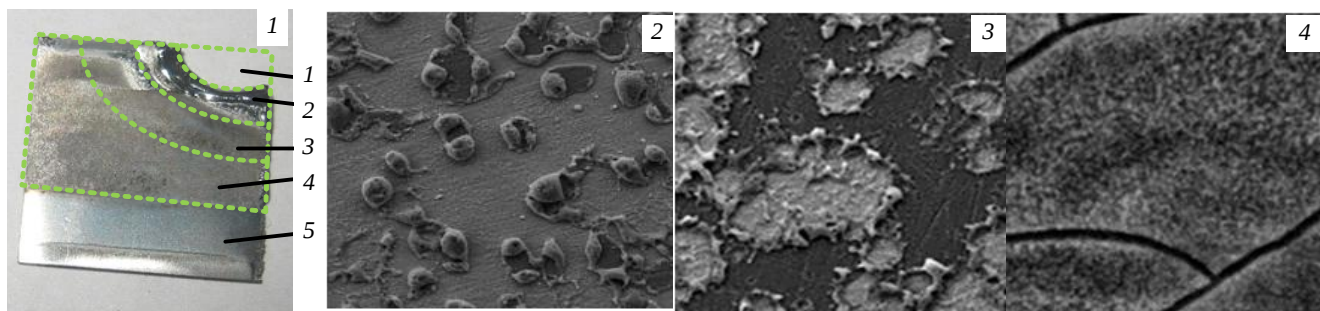


Рис. 8. Образец после воздействия плазмы: 1 — удалён угловой участок образца, расплавленный плазмой (≥ 3670 , $K \geq 100 \text{ МВт/м}^2$); микрофотографии участков: 2 — В:С $\approx 1,2 : 1$, 3670—2500 К, 70 МВт/м²; 3 — В:С $\approx 3,1 : 1$, 2500—2000 К, 40 МВт/м²; 4 — В:С $\approx 3,8 : 1$, ≤ 2000 К, 10 МВт/м² (указаны измеренные соотношения концентраций бора и углерода, рассчитанные средние мощности и температура нагрева при плазменном облучении участков образца с характерной модификацией поверхности); 5 — область крепления образца в держателе ввода

Результаты анализа могут быть суммированы следующим образом:

- покрытие карбида бора сохраняет адгезию к вольфраму и предохраняет от непосредственного воздействия плазмы вплоть до температуры его плавления;
- в диапазоне температуры 3670—2500 К большая часть покрытия собирается в глобулы, частично оплавившиеся после образования. Есть основание полагать, что фрагментация верхней части покрытия и

сворачивание фрагментов в глобулы произошли в результате развития сжимающих латеральных напряжений после испарения большей части бора. Глобулы и прилегающая к вольфраму часть покрытия сохраняют структуру карбида бора. Растрескивания или отшелушивания прилегающей к вольфраму части покрытия ни на этом, ни на остальных участках покрытия не произошло;

— на участке покрытия с температурой в пределах 2500—2000 К отмечаются лишь отдельные проявления перечисленных процессов. Состав покрытия изменился сравнительно мало;

— при температуре меньше 2000 К покрытие и его состав полностью сохранились.

Облучение покрытия карбида бора на графите потоками плазмы большой мощности в установке КСПУ. Облучению плазмой в установке КСПУ (АО «ТРИНИТИ», Троицк) подвергалось покрытие карбида бора, нанесённое на графит газофазным методом [21]. После трёх импульсов на участках поверхности, облучённых мощностью от 1,0 до 0,2 ГВт/м², частично изолированные микрокристаллы верхнего слоя оплавившись и при затвердевании превратились в сплошной поликристаллический слой (рис. 9, а). Между отдельными микрокристаллами остались тонкие трещины, возникшие при затвердевании. При последующем облучении верхний слой расплавляется во время циклов облучения и затвердевает между ними. После 15 импульсов плазмы поверхностный слой представляет собой уже отдельные островки, которые расплавляются и вновь затвердевают, меняя при этом своё положение, и, постепенно распыляясь, уменьшаются в объёме.

Толщина нижнего слоя после 100 импульсов (см. рис. 9, б) составляет всего несколько микрон, но слой сплошной, и его отслоений от графита не произошло. Участки, облучаемые с плотностью мощности 1 ГВт/м², покрываются сетью трещин шириной от 2 до 20 мкм. Трещины распространяются на глубину до 1 мм, позволяя считать, что они зародились в графите. Соотношение В:С для фрагментов верхнего слоя составляет 2,7—4,0, а для нижнего слоя 1,7—2,7.

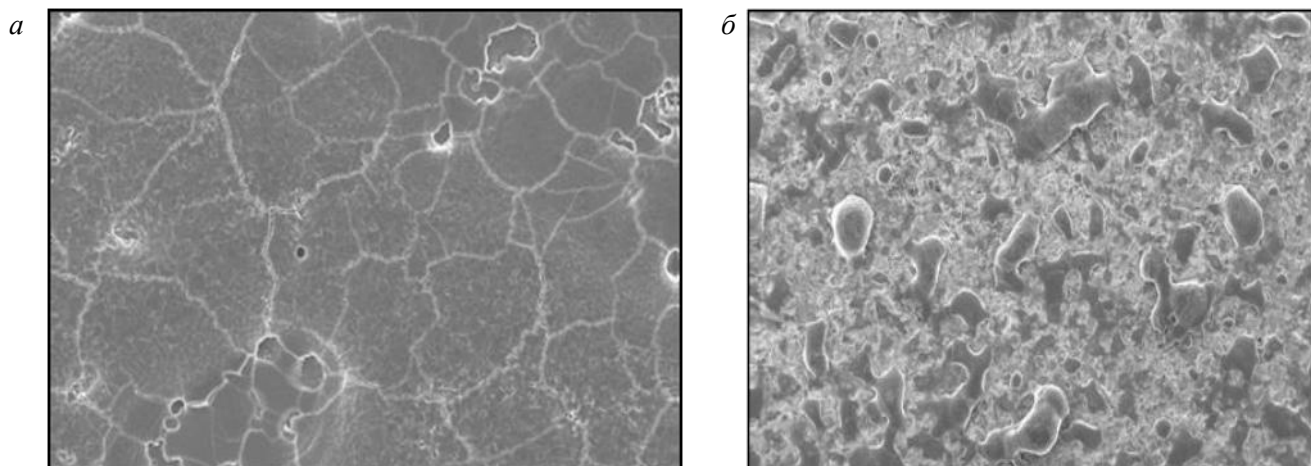


Рис. 9. Покрытие карбида бора на графите после облучения тремя (а) и 100 импульсами (б) мощностью от 1,0 до 0,2 ГВт/м²

ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА В ТЕРМОЯДЕРНОЙ И ПЛАЗМЕННОЙ УСТАНОВКАХ

Эксперименты с покрытием карбида бора в токамаке. Покрытие карбида бора формировалось на первой стенке токамака Т-11 (АО «ТРИНИТИ», Троицк) из паров карбоната, напускаемого в рабочий разряд токамака [22].

В качестве основных результатов нанесения покрытия авторы отмечали следующее:

- нанесённое покрытие представляло собой плотную плёнку толщиной до микрона с хорошей адгезией, которая не разрушалась при обработке пластмассовым инструментом;
- были подавлены примеси в пристеночной области;
- стабилизировались высокие вакуумные характеристики разрядной камеры (после длительного перерыва в работе до 24 ч для достижения рабочего вакуума в камере не требовались прогрев и чистки плазмой);
- улучшилась стабилизация плазменного шнура;
- исчез рециклинг водорода со стенок камеры;

— появилась высокая повторяемость результатов экспериментов;

— до нанесения покрытия предельно достижимые параметры плазмы в разряде без срывов были $n_e = 2,5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$, $t_p = 70 \text{ мс}$, $I_p = 70 \text{ кА}$; после нанесения покрытия длительность разряда без срыва при $n_e = 1,3 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$, $I_p = 70 \text{ кА}$ составляла 350 мс, а при $n_e = 4,64 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$, $I_p = 70 \text{ кА}$ составляла 250 мс.

Эксперименты с покрытием карбида бора в плазменной установке. Покрытие карбида бора с использованием карборана наносилось на стенки плазменной камеры установки PISCES-B (Лос-Анджелес, США). Пары карборана напускались в рабочий разряд, параметры плазмы которого были близки к параметрам диверторной плазмы токамака DIII-D [23]. Покрытия толщиной 0,2—20 мкм наносились на подложки из вольфрама, молибдена, нержавеющей стали. Время напыления покрытия варьировалось в диапазоне 2—30 мин. Скорость напыления покрытия, по сообщению авторов, достигала 30 нм/с, что во много раз превышает скорость боронизации в тлеющем разряде. Авторы пришли к выводу, что этот результат был получен из-за того, что при температуре электронов около 40 эВ в PISCES-B степень диссоциации карборана оказывается гораздо большей, чем в тлеющем разряде с температурой электронов около 1 эВ.

Покрытие карбида бора на вольфраме дивертора токамака. Модификация поверхностных слоёв вольфрама при облучении интенсивными тепловыми и корпускулярными потоками наблюдалась в большом количестве работ, выполненных в термоядерных и лабораторных установках. К такого рода процессам и их последствиям на интенсивно облучаемой поверхности вольфрама в токамаках и в установках, имитирующих условия токамаков, можно отнести рекристаллизацию поверхностного слоя, его растрескивание, отслоение участков поверхностного слоя, эмиссию микрочастиц вольфрама в плазму.

Анализ результатов экспериментов позволил заключить, что причиной модификации поверхности являются напряжения, возникающие в приповерхностных слоях вольфрама, когда под действием интенсивных тепловых и корпускулярных потоков увеличивается его пластичность [24—26]. По мере увеличения плотности корпускулярных потоков температурный диапазон процессов, инициируемых при указанных условиях, расширяется и, как было показано в работах [27, 28], распространяется до температуры меньше температуры плавления вольфрама 0,15 при его облучении ионами дейтерия энергией меньше 100 эВ, плотностью тока $10^{22}/\text{м}^2\text{с}$ и дозой 10^{25} — 10^{27} ат./ м^2 .

Свойства покрытия карбида бора при высоких температурах допускают возможность его использования в условиях дивертора токамаков. В предыдущих разделах было показано, что скорость распыления покрытия карбида бора ионами изотопов водорода остаётся довольно низкой и заметно не изменяется до температуры 1500 К. Удержание захваченных атомов изотопов водорода практически ограничивается зоной торможения ионов, и не происходит их проникновение в вольфрам. Максимум термодесорбции изотопов водорода находится в пределах температур 700—900 К. Покрытие карбида бора остаётся на вольфраме при облучении потоком плазмы мощностью 0,2—1,0 ГВт/ м^2 и выполняет защитные функции вплоть до температуры плавления вольфрама. Таким образом, вольфрам предохраняется от плазменного облучения и в определённой степени понижается интенсивность теплового потока, достигающего поверхность вольфрама. В результате могут быть предотвращены или в значительной степени ослаблены перечисленные и другие нежелательные процессы на поверхности вольфрама в диверторе токамаков.

Вместе с тем следует отметить, что до настоящего времени не исследованы свойства покрытия карбида бора при длительных облучениях тепловыми и корпускулярными потоками в условиях, соответствующих условиям токамаков с длинными разрядами. Только после проведения таких исследований можно будет составить заключение о карбиде бора как возможном материале защитного покрытия вольфрама в диверторе токамаков.

УДАЛЕНИЕ ПЕРЕНАПЫЛЁННЫХ БОР-УГЛЕРОДНЫХ СЛОЁВ

Одной из задач, связанных с использованием возобновляемых защитных покрытий в токамаке, является необходимость удаления материала этих покрытий, перенапылённого на другие участки первой стенки и дивертора или превратившегося в пыль. В работе [29] был предложен метод удаления бор-

углеродных слоёв, который базируется на обеспечении условий превращения удаляемых слоёв в летучий эфир борной кислоты и газообразные углерод-кислородные соединения с помощью последовательных химических реакций с кислородом и спиртом и последующей откачки их из плазменной камеры.

В работе [30] эти процессы объединили и интенсифицировали воздействием плазмой. Для проведения экспериментов использовались бор-углеродные плёнки, осаждённые на подложку из нержавеющей стали путём распыления карбида бора ионами плазмы, иницированной на смеси аргона и дейтерия ($\text{Ar} : \text{D} = 1 : 1$). Полученные плёнки облучались ионами плазмы с накальным катодом, иницированной на смеси гелия, кислорода и спирта. Скорость удаления плёнки зависела от температуры и давления спирта и слабо зависела от плотности ионного тока на плёнку. При энергии ионов, равной 200 эВ, и плотности тока $3 \cdot 10^{19}$ и $5 \cdot 10^{19}$ ион/($\text{м}^2 \cdot \text{с}$) скорости травления составили 230 и 240 нм/ч соответственно. Авторы заключают, что химическое распыление в удалении плёнки играло значительную роль.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В статье приводятся свойства карбида бора и его покрытия, которые представляются важными для контактирующего с плазмой материала термоядерных установок.

Сообщаются основные этапы процесса нанесения покрытия карбида бора (B_4C) на контактирующие с плазмой поверхности в регулярном разряде термоядерных и плазменных установок с использованием в качестве исходного материала для нанесения покрытия невзрывоопасного, неядовитого и негорючего карборана ($\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$).

Показано, что скорость распыления карбида бора практически не возрастает в области температур химического распыления графита и слабо меняется вплоть до 1500 К. Коэффициент распыления покрытия B_4C в условиях первой стенки токамака будет в 3—4 раза меньше, чем графита, а поступление в плазму атомов углерода будет в 15—20 раз меньше.

Захват ионов изотопов водорода в покрытие B_4C при дозах облучения около $7 \cdot 10^{23}$ ат./ м^2 стремится к насыщению, указывая на их незначительную диффузию за область внедрения ионов.

Атомы дейтерия, захваченные покрытием карбида бора при облучении ионами дейтериевой плазмы, десорбируют при выдержке в вакууме и в водороде, а также при облучении низкоэнергетическими атомами и ионами водорода. Содержание внедрённого в покрытие дейтерия уменьшалось до 92% при облучении покрытия ионами водорода энергией 50 эВ дозой $7 \cdot 10^{23}$ Н/м².

При циклическом нагреве покрытия карбида бора толщиной 5 мкм на вольфраме потоком ионов плазмы мощностью 15,5 МВт/м² (установка СОПТМАТ, НИЯУ МИФИ) покрытие нагревалось до температуры 1400 °С в течение 10-секундного импульса и остывало до 400 °С за 100 с между импульсами. После облучения дозой примерно $3 \cdot 10^{23}$ ат./м² (энергия ионов 5,5 кэВ/ат., плотность тока ионов $3 \cdot 10^2$ А/($\text{м}^2 \cdot \text{с}$)) в течение 30 циклов облучения средняя толщина распылённого слоя составила ≈ 2 мкм и на поверхности появились поры размером 0,05—0,2 мкм. Покрытие сохранило целостность, трещин и отслоений покрытия не наблюдалось.

Облучению плазмой мощностью от 1,0 до 0,2 ГВт/м² в установке КСПУ М (АО «ТРИНИТИ») подвергалось покрытие карбида бора, нанесённое на графит газофазным методом. После трёх импульсов облучения частично изолированные микрокристаллы верхнего слоя покрытия оплавившись и превратились в сплошной поликристаллический слой, который расплавляется во время облучений и затвердевает между ними. После 15 импульсов поверхностный слой превращается в отдельные островки, уменьшающиеся в объёме по мере распыления. Соотношение В:С для фрагментов верхнего слоя составляет 1,5—1,0, а для нижнего слоя — 1,6—1,0. После 100 импульсов прилегающий к подложке слой толщиной всего несколько микрон покрыт сетью трещин шириной от 2 до 20 мкм и в глубину до 1 мм, позволяя считать, что они зародились в графите. Отслоений слоя от графита не произошло. Соотношение В:С для фрагментов верхнего слоя составляет от 2,7 до 4,0, а для нижнего слоя — от 1,7 до 2,7.

Образец вольфрама с покрытием карбида бора толщиной 5 мкм облучался плазмой переходного процесса в токамаке Т-10М (НИЦ «Курчатовский институт»). Часть образца с покрытием, облучавшаяся потоком плазмы мощностью ≤ 100 МВт/м² и длительностью около 300 мс, была расплавлена и удалена. На участках покрытия, прогревавшихся до 2500—3670 К (средняя мощность облучения 70 МВт/м²), со-

став покрытия изменялся до В:С $\approx 1,2 : 1$, его верхние слои фрагментировались, собирались в глобулы и оплавлялись. Прилегающая к вольфраму часть покрытия оставалась сплошной, без отслоений и защищала вольфрам вплоть до температуры его плавления. На участках покрытия с температурой 2500—2000 К (40 МВт/м²) отмечались лишь отдельные проявления этих процессов. Состав покрытия изменился мало. При температуре меньше 2000 К покрытие и его состав полностью сохранились.

Сообщается о формировании защитных покрытий карбида бора на контактирующих с плазмой материалах токамака Т-11М и в установке PISCES-B и о результатах его использования в этом качестве. Скорость напыления покрытий достигала 30 нм/с. Приводятся свидетельства улучшения параметров плазмы после нанесения покрытия.

Описываются результаты эксперимента по плазмохимическому преобразованию в газ и удалению из плазменной установки продуктов эрозии карбида бора.

REFERENCES

1. **Velikhov E.P., Ilgonis V.I.** Prospects of fusion research. — Vestnik RAN (Herald of the RAS), 2021, vol. 91, № 5, pp. 470—478; doi: 10.31857/S0869587321050248. EDN JPLGBG (in Russian).
2. **Strelkov V.S.** Thermonuclear power engineering: 60 years of investigations. What next? — VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2016, vol. 39, issue 1, pp. 5—14; doi: 10.21517/0202-3822-2016-1-5-14. EDN VQXVZN (in Russian).
3. **Barabaski P.** Progress on manufacturing, construction, commissioning and an updated baseline. — In: 29th IAEA Fusion Energy Conference. 16—21 October 2023, London, United Kingdom of Great Britain and Northern Ireland.
4. **Krasilnikov A.V., Konovalov S.V., Bondarchuk E.N. et al.** Tokamak with reactor technologies (TRT) : concept, missions, main features and expected characteristics. — Fizika plazmy (Plasma Physics), 2021, vol. 47, № 11, pp. 970—985; doi: 10.31857/S0367292121110196 (in Russian).
5. **Sharapov V.M.** Discharge chamber plasma-chemical conditioning in magnetic confinement fusion devices (Review). — VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2020, vol. 43, issue 2, pp. 5—12; doi: 10.21517/0202-3822-2020-43-2-5-12. EDN MPJSYI (in Russian).
6. **Sharapov V.M.** Discharge Chamber Plasma-Chemical Conditioning in Magnetic Confinement Fusion Devices (Review). — Phys. Atom. Nuclei., 2021, vol. 84, pp. 1266—1271; <https://doi.org/10.1134/S1063778821070139>.
7. **Ohno T. et al.** — J. of Nucl. Mater., 1996, vol. 232, pp. 52—58; [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(96\)00393-5](https://doi.org/10.1016/0022-3115(96)00393-5).
8. **Kötterl S et al.** — Phys. CR, 2001, p. 117; doi 10.1238/Physica.Topical.091a00117.
9. **Roth J.** — J. Nucl. Mater., 1990, vol. 176—177, pp. 132—141.
10. **Ayrapetov A.A., Begrambekov L.B., Dyachenko M.Y. et al.** Stand for coating deposition and coating/materials testing. — J. of Physics: Conference Series, 2016, vol. 700, № 1, p. 012041; doi: 10.1088/1742-6596/700/1/012041. EDN WWEGLT.
11. **Sadovskiy Y., Begrambekov L., Shigin P. et al.** High particle and heat load material testing device. — J. of Physics: Conference Series, 2017, vol. 789, № 1, p. 012044; doi: 10.1088/1742-6596/789/1/012044. EDN YVEBJF.
12. **Azizov E.A., Ayrapetov A.A., Begrambekov L.B. et al.** Combined device used for boron carbide coating deposition and material testing under high intensity plasma heat loads. — VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2014, vol. 37, issue 4, pp. 30—38. EDN: TAZSRF (in Russian).
13. **Ayrapetov A., Begrambekov L., Bremond S. et al.** — J. Nucl. Mater., 2011, vol. 418, p. 1042.
14. **Begrambekov L., Buzhinsky O., Gordeev A., Miljaeva E., Leikin R., Shigin P.** TDS Investigation of hydrogen retention in graphites and carbon based materials L. — Physica Scripta, 2004, vol. T108, pp. 72—75; doi: 10.1238/Physica.Topical.108a00072.
15. **Yamaki T., Gotoh Y., Ando T., Jimbou R., Ogiwara N., Saidoh M.** Thermal desorption spectroscopy of boron/carbon films after keV deuterium irradiation. — J. of Nucl. Mater., 1994, vol. 217, pp. 154—160; doi: 10.1016/0022-3115(94)90315-8.
16. **Alimov Kh.V., Schwiirer R., Scherzer B.M.U., Roth J.** Thermal desorption of D₂ and CD, from bulk-boronized graphites. — J. of Nucl. Mater., 1992, vol. 187, pp. 191—196; doi: 10.1016/0022-3115(92)90496-8.
17. **Mayer M. et al.** — Ibid., 1998, vol. 252, pp. 55—62; doi: 10.1016/S0022-3115(97)00299-7.
18. **Ayrapetov A.A., Begrambekov L.B., Dovganyuk S.S., Kaplevsky A.S.** On the trapping and retention of hydrogen isotopes in graphite under sequential hydrogen plasma irradiation. — Poverkhnost'. Rentgenovskie, Sinkhrotronnye i Neitronnye Issledovaniya (Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques), 2018, № 6, pp. 48—53 (in Russian).
19. **Ayrapetov A.A., Begrambekov L.B., Dovganyuk S.S., Grunin A.V., Kaplevskiy A.S., Puntakov N.A.** Hydrogen isotope trapping and retention in graphite and boron carbide under consecutive irradiation by deuterium and hydrogen plasma. — J. of Physics: Conference Series. 9. Low-temperature Plasma during the Deposition of Functional Coatings, 2018, p. 012002; doi: 10.1088/1742-6596/1058/1/012002.
20. **Begrambekov L.B. et al.** — J. Phys.: Conf. Ser., 2019, vol. 1281, p. 012002.
21. **Buzhinskij O.I., Barsuk V.A., Begrambekov L.B., Klimov N.S., Otroshchenko V.G., Putric A.B.** Boron carbide protective coating under irradiation by GSPA-T intensive plasma fluxes. — VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2015, vol. 38, issue 2, pp. 32—37 (in Russian).
22. **Buzhinskij O., Otroshchenko V., Barsuk V.** Renewable boron carbide coating in plasma shots of tokamak T11-M. — J. Nucl. Mater., 2009, vol. 390—391, pp. 996—999.

23. **Buzhinskij O.I., Otroshchenko V.G., Whyte D.G. et al.** Plasma deposition of boron films with high growth rate and efficiency using carborane. — *J. Nucl. Mater.*, 2003, vol. 313—316, pp. 214—218.
24. **Pestchanyi S. E., Linke J.** Simulation of cracks in tungsten under ITER specific transient heat loads. — *Fusion Eng. and Des.*, 2007, vol. 82, Issue 15—24, pp. 1657—1663.
25. **Pestchanyi S.** Divertor armour issues: lifetime, safety and influence on ITER performance. — *Problems of Atomic Science and Technology. Series: Plasma Physics* (15), 2009, № 1, pp. 52—57.
26. **Pestchanyi S., Garkusha I., Landman I.** Simulation of tungsten armour cracking due to small ELMs in ITER — *Fusion Eng. and Des.*, 2010, vol. 85, Issues 7—9, pp. 1697—1701.
27. **Snu W.M., Nakamichi M., Alimov V.Kh., Luo G.-N., Isobe K., Yamanishi T.** Deuterium retention, blistering and local melting at tungsten exposed to high-fluence deuterium plasma. — *J. of Nucl. Mater.*, 2009, vol. 390—391, pp. 1017—1021; doi: 10.1016/j.jnucmat.2009.01.267.
28. **Ohno N., Kajita S., Nishijima Dai, Takamura S.** Surface modification at tungsten and tungsten coated graphite due to low energy and high fluence plasma and laser pulse irradiation. — *J. of Nucl. Mater.*, 2007, vol. 363—365, pp. 1153—1159; doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.01.148.
29. **Airapetov A.A., Begrambekov L.B., Voituk A.N.** Method of the removal of carboncontaining layers and dust from vacuum chambers of plasma facilities. Patent for an invention RU 2674997 C1, 14.12.2018. Tender № 2018106002 of 16.02.2018 (in Russian).
30. **Airapetov A., Terentiev V., Voituk A., Zakharov A.** Methods of boron-carbon deposited film removal. — *Physics Procedia*, 2015, vol. pp. 58—62; doi: 10.1016/j.phpro.2015.08.312.

AUTHORS

Begrambekov L.B. National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia; lbbegrambekov@mephi.ru

Airapetov A.A. National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia

Grunin A.V. National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia

Dovganyuk S.S. National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia

Sadovsky Ya.A. National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoye shosse 31, 115409 Moscow, Russia

Received 11 January 2024

Revised 15 January 2024

Accepted 17 January 2024

Problems of Atomic Science and Technology
Ser. Thermonuclear Fusion, 2024, vol. 47, issue 1, pp. 54—64