

УДК 533.924

**ПОВЕДЕНИЕ ВОЛЬФРАМА С ПОКРЫТИЕМ ИЗ КАРБИДА БОРА
ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ИНТЕНСИВНЫХ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ***И.М. Позняк^{1,2}, И.А. Алябьев^{1,2}, В.Л. Подковыров¹, В.А. Барсук¹, В.Ю. Цыбенко^{1,2}, Е.З. Бирюлин^{1,2},
Е.Д. Федулаев^{1,2}, З.И. Новоселова^{1,2}*¹ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований, Троицк, Москва, Россия²Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет), Москва, Россия

В настоящее время в проекте ИТЭР обсуждается возможность перехода на полностью вольфрамовую облицовку первой стенки. Это ставит под угрозу достижение ключевых целей проекта. Нанесение на вольфрам покрытия из карбида бора B_4C толщиной не более 50 мкм рассматривается как одно из возможных решений. В работе описаны результаты испытаний образцов вольфрама с покрытием из карбида бора при воздействии интенсивного потока дейтериевой плазмы на установке КСПУ-Т. Тепловая нагрузка на образцы доходила до $w_e = 1,4$ ГВт/м², длительность воздействия 1 мс. В ходе плазменных испытаний наблюдается хрупкое разрушение карбида бора за счёт растрескивания. Этот процесс сопровождается выкрашиванием кусочков покрытия. Для образца, полученного методом детонационного напыления, наблюдаются вздутия слоя карбида бора. Последующее воздействие плазмы приводит к разрушению материала и образованию кратеров эрозии в местах вздутия. Поэтому даже при более низкой тепловой нагрузке (1,1 ГВт/м² вместо 1,4 ГВт/м²) слой B_4C , нанесённый на вольфрам детонационным напылением, эродирует сильнее, чем слой B_4C , нанесённый с помощью атмосферного плазменного напыления.

Ключевые слова: ИТЭР, защитные покрытия, карбид бора, вольфрам, эрозия материалов, испытания материалов, плазменные ускорители, КСПУ-Т.

**BEHAVIOR OF TUNGSTEN COATED WITH BORON CARBIDE EXPOSED
TO INTENSE PLASMA STREAM***I.M. Poznyak^{1,2}, I.A. Aliabev^{1,2}, V.L. Podkovyrov¹, V.A. Barsuk¹, V.Yu. Tsybenko^{1,2}, E.Z. Biryulin^{1,2},
E.D. Fedulaev^{1,2}, Z.I. Novoselova^{1,2}*¹State Research Center of Russian Federation Troitsk Institute for Innovation & Fusion Research, Troitsk, Moscow, Russia²Moscow Institute of Physics and Technology, Moscow, Russia

To date, possibility of usage a fully tungsten coating of the first wall is being discussed within ITER project. As a result, the key objectives of the project may not be achieved. Tungsten coatings with boron carbide B_4C with a thickness of no more than 50 microns are considered as one of the possible solutions. This paper describes the results of testing boron carbide coated tungsten samples under action of an intense deuterium plasma stream at QSPA-T plasma gun. The heat load on the samples reached $w_e = 1.4$ GW/m², the pulse duration was 1 ms. During plasma experiments, brittle destruction of boron carbide due to material cracking is observed. This process is accompanied by the staining of the coating pieces. Surface swelling is observed for the sample obtained by detonation spraying. Subsequent plasma exposure leads to the B_4C destruction and formation of erosion craters in places of swelling. Therefore, even at a lower thermal load (1.1 GW/m² instead of 1.4 GW/m²) B_4C layer deposited on tungsten by detonation spraying erodes strongly than the B_4C layer deposited by atmospheric plasma spraying.

Key words: ITER, armour material, boron carbide, tungsten, materials erosion, materials testing, plasma guns, QSPA-T.

DOI: 10.21517/0202-3822-2024-47-1-99-110

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время вольфрам рассматривается в качестве обращённого к плазме материала защитного покрытия вакуумной камеры токамака-реактора ИТЭР. По теплофизическим характеристикам этот металл превосходит большинство доступных в промышленности материалов. Он обладает хорошей теплопроводностью и самой высокой температурой плавления (3695 К), за счёт чего способен отводить с поверхности большие потоки тепла, не расплавляясь [1]. Как на токамаках, так и в лабораторных экспериментах отмечается низкий уровень захвата водорода в вольфрамовые защитные покрытия [2, 3]. Эрозия вольфрама за счёт химического распыления относительно мала [4].

Несмотря на перечисленные преимущества, вольфрам не может считаться идеальным материалом первой стенки термоядерного реактора. Его сложно обрабатывать, под действием нейтронов вольфрам становится радиоактивным. Облучение плазмой при температурах ниже температуры перехода из пластичного в хрупкое состояние (400—600 °С) приводит к растрескиванию, снижению теплопроводности и

выбросу «пыли» в камеру токамака [5]. Кроме этого, во время переходных процессов в ИТЭР возможно плавление вольфрамовых защитных покрытий, которое будет сопровождаться инжекцией капель в вакуумную камеру [6]. Из-за большого Z поступление примесей вольфрама в термоядерную плазму должно быть строго ограничено на уровне 10^{-5} от её плотности.

В связи с этим актуальны как поиск альтернативных материалов для изготовления обращённых к плазме панелей вакуумной камеры термоядерного реактора, так и создание технологий по нанесению тонких защитных покрытий на поверхность вольфрама прямо во время разряда. В качестве перспективной замены вольфраму как объёмному материалу рассматривается керамика TiB_2-AlN . В случае использования вольфрамовой первой стенки предполагается нанесение покрытия из карбида бора B_4C толщиной от сотен нанометров до нескольких десятков микрон на её поверхность.

Для обоснованного выбора материалов, конструкции и технологии изготовления панелей первой стенки и дивертора нужны экспериментальные данные о поведении макетов защитных покрытий вакуумной камеры термоядерного реактора под действием мощных плазменно-тепловых нагрузок. Нагрузки, ожидаемые во время переходных процессов в ИТЭР (срывы, периферийная локальная неустойчивость — ЭЛМы, вертикальные смещения плазменного шнура, убегающие электроны), не достигаются на современных токамаках. Поэтому для лабораторных испытаний защитных покрытий дивертора и первой стенки ИТЭР требуются установки, способные создавать плазменно-тепловые потоки высокой интенсивности. Для этого подходят электронные и ионные пучки, лазеры, магнитные плазменные ловушки, линейные плазменные установки, импульсные и квазистационарные плазменные ускорители. Число таких установок в мире весьма ограничено, и ни одна из них не воспроизводит всей совокупности условий, ожидаемых во время переходных процессов в ИТЭР. Поэтому задача экспериментальных исследований состоит в том, чтобы изучить основные физические закономерности взаимодействия мощных потоков плазмы с веществом в условиях, максимально приближенных к условиям в ИТЭР. Понимание физической картины взаимодействия и наличие надёжных экспериментальных данных позволят создать адекватные расчётные модели взаимодействия плазмы с материалами, с помощью которых можно будет экстраполировать величину эрозии и поступление примесей в термоядерную плазму на условия ИТЭР. Выполненные ранее исследования карбида бора показали перспективность этого материала при использовании в качестве обращённого к плазме защитного покрытия вакуумной камеры термоядерного реактора [7—9]. В рамках данной работы основное внимание было сосредоточено на экспериментальном исследовании эрозии тонкого защитного слоя карбида бора ($h \approx 50$ мкм), нанесённого на поверхность вольфрама методами детонационно-го и атмосферного плазменного напыления, при воздействии интенсивного потока дейтериевой плазмы.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА И ДИАГНОСТИКА

Эксперименты по облучению мишеней плазмой проводились на квазистационарном сильноточном плазменном ускорителе КСПУ-Т (АО «ГНЦ РФ ТРИНИТИ», Москва, Троицк) [10]. Ускорение плазмы происходит под действием силы Ампера, возникающей при взаимодействии тока, текущего через разрядный промежуток между коаксиальными электродами ускорителя, с собственным магнитным полем. Длительность плазменного потока определяется временем существования напряжения между электродами ускорителя, поскольку плазмообразующий газ подаётся в разрядный промежуток непрерывно.

Питание ускорителя происходит от шести секций конденсаторной батареи ёмкостью по 16 мФ. Схема коммутации батарей позволяет менять длительность плазменного потока от 0,25 до 1 мс. При максимальном напряжении на батарее 5 кВ запасённая в ней энергия составляет 1,2 МДж.

Исследуемые образцы располагаются в цилиндрической камере диаметром 40 см на расстоянии 25 см от электродов ускорителя. Угол падения потока плазмы на мишень равен 0 (нормальное падение). Общая схема эксперимента показана на рис. 1.

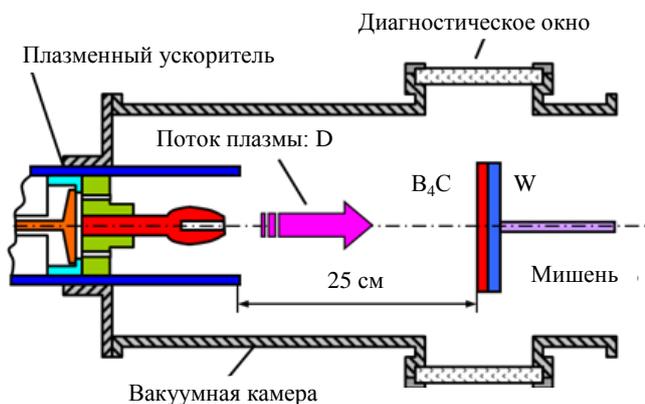


Рис. 1. Схема облучения мишеней дейтериевой плазмой на установке КСПУ-Т

В качестве плазмообразующего газа в описываемых экспериментах использовался дейтерий. Тепловая нагрузка, поступающая с плазмой на поверхность образцов, варьировалась за счёт изменения напряжения U на конденсаторной батарее. Длительность воздействия была фиксирована и составляла 1,0 мс. Характеристики плазменного потока установки КСПУ-Т:

Длительность потока t , мс . . .	0,25—1,0
Скорость потока V_i , км/с . . .	100—300
Энергия ионов E_i , кэВ . . .	0,1—0,9
Плотность энергии Q , МДж/м ² . . .	0,2—5
Фактор теплового воздействия F_{HF} , МДж/(м ² ·с ^{0,5}) . . .	<160
Плотность плазмы n , м ⁻³ . . .	(1—10)10 ²²
Диаметр потока D , см . . .	6—7

В экспериментах использовались два вольфрамовых образца, покрытые слоем карбида бора толщиной ≈ 50 мкм. Один из них получен путём детонационного напыления (ДН) карбида на вольфрамовую пластину толщиной 2 мм (ИГиЛ СО РАН [11], Новосибирск), второй — в результате атмосферного плазменного напыления (АПН) на пластину толщиной 8 мм (ИТПМ СО РАН, Новосибирск). Поперечные размеры образцов одинаковы и равны 20×20 мм. К более толстому образцу с тыльной стороны припаяна медная пластина толщиной $h = 2$ мм.

Внешний вид и увеличенные изображения участков поверхности образцов показаны на рис. 2 и 3. До облучения плазмой на установке КСПУ-Т оба образца были задействованы в экспериментах по имитации воздействия импульсных тепловых нагрузок, характерных для ЭЛМов в ИТЭР на лазерной установке в ИЯФ СО РАН [11]. Поэтому на оптических изображениях поверхности заметны незначительные структурные повреждения ещё до начала эксперимента — область 1 (выделена красным цветом) для покрытия, полученного методом ДН, область 2 — для покрытия АПН.

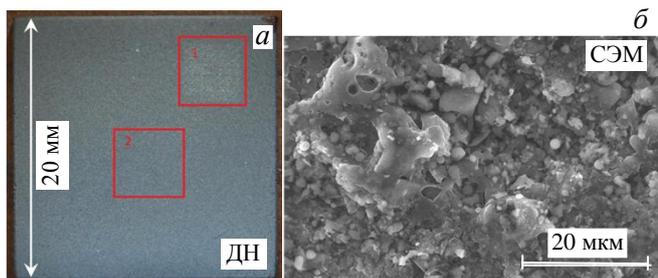


Рис. 2. Внешний вид (а) и изображение с электронного микроскопа (б) покрытия В₄С, нанесённого на вольфрам методом ДН

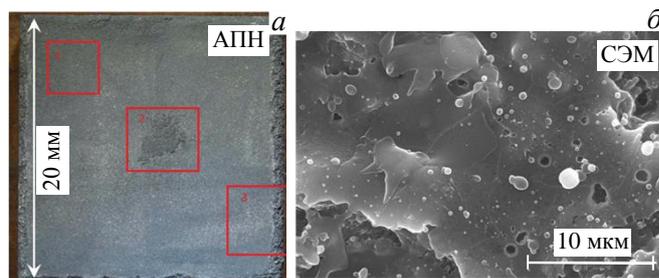


Рис. 3. Внешний вид (а) и изображение с электронного микроскопа (б) покрытия В₄С, нанесённого на вольфрам методом АПН

При больших увеличениях (5—10 тысяч раз) видно, что покрытия имеют неоднородную структуру. На поверхности заметны следы эрозии — плавления, растрескивания, шелушения, в значительном количестве присутствует мелкая пыль в виде шариков размером менее 1 мкм.

Зависимость тепловой нагрузки Q на поверхность от напряжения зарядки U конденсаторной батареи, запитывающей плазменный ускоритель, измерялась с помощью термопарного калориметра (рис. 4, а).

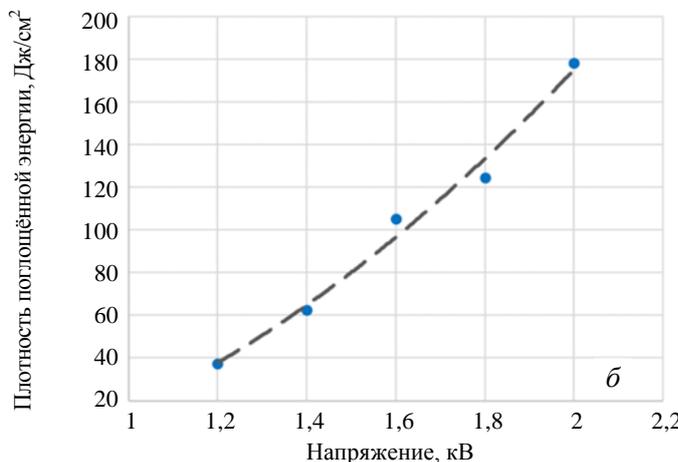
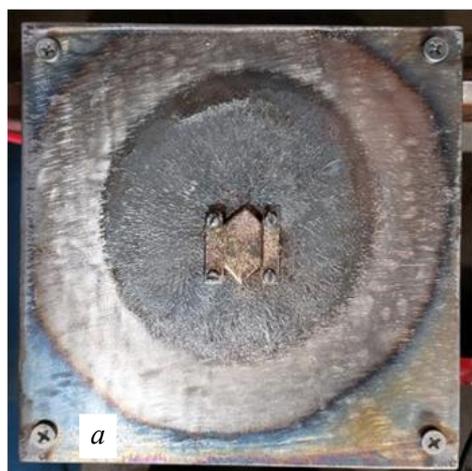


Рис. 4. Внешний вид калориметра (а) и зависимость плотности поглощённой энергии от тепловой нагрузки (б)

Приёмный элемент калориметра — медная пластина размером 20×20 мм и толщиной $h = 3$ мм. Она закреплена по центру мишени из нержавеющей стали (157×157 мм, $h = 5$ мм) двумя крепёжными пластинками из меди. По центру мишени просверлено отверстие, через которое проходит хромель-алюмелевая термопара чувствительностью 41 мкВ/К. Термопара поджата к тыльной стороне медной пластины с помощью подкладки из вакуумной резины. Плотность энергии, поглощённая калориметром, вычисляется следующим образом: $Q = \rho ch\Delta T_i$, где: ρ — плотность; c — удельная теплоёмкость; h — толщина медной пластины; ΔT — изменение её температуры в результате плазменного воздействия.

Измеренная зависимость $Q(U)$ показана на рис. 4, б. При увеличении напряжения U от 1,2 до 2,0 кВ плотность поглощённой материалом энергии Q возрастает от 0,4 до 1,8 МДж/м². При длительности плазменного воздействия $\tau = 1$ мс это соответствует фактору теплового воздействия $F_{HF} = Q/\sqrt{\tau}$, $F_{HF} \approx 13\text{—}57$ МДж/(м²·с^{0,5}), что по верхней границе превосходит порог плавления вольфрама 45—50 МДж/(м²·с^{0,5}).

После облучения плазмой поверхность образцов изучалась на оптическом и электронном микроскопах. Методами рентгеноспектрального анализа были измерены изменения в элементном и фазовом составе покрытия.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАГРЕВА МАТЕРИАЛА ТЕПЛОВЫМ ИМПУЛЬСОМ

Для определения пороговых тепловых нагрузок, соответствующих нагреву поверхности образцов до температуры плавления и сублимации карбида бора, была построена численная модель прогрева материала тепловым импульсом. По результатам моделирования выбран диапазон тепловых нагрузок, при которых проводилось облучение мишеней дейтериевой плазмой на установке КСПУ-Г.

В модели решается уравнение теплопроводности

$$\rho C_p^{eq} \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla A(k\nabla T) = Q, \quad (1)$$

где ρ — плотность, кг/м³; C_p^{eq} — «эквивалентная» удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К) [12]; k — коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К); T — температура, К; t — время, с; Q — функция источников тепла, Вт/м³. Полагаем, что объёмных источников тепла нет — $Q = 0$.

На поверхность мишени, обращённую к плазме, приходит тепловой поток $w = w_e + w_v + w_r$ (рис. 5), где w_e — поток мощности от плазменного ускорителя; w_v — поток мощности, уносимый материалом при испарении, Вт/м²; w_r — поток мощности излучения с поверхности, Вт/м². Поток w_e задаётся постоянным значением из диапазона 0,1—1,8 ГВт/м² длительностью $\tau = 1$ мс.

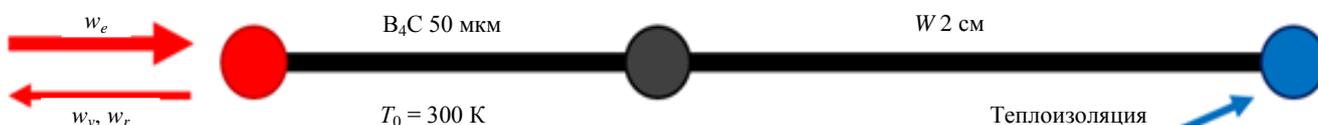


Рис. 5. Геометрия расчётной области, начальные и граничные условия задачи о прогреве материала тепловым импульсом

Задняя поверхность мишени считается теплоизолированной $\frac{\partial w}{\partial x} = 0$ (см. рис. 5). Начальная температура вольфрама и покрытия принята равной 300 К. Нестационарное уравнение теплопроводности решается в одномерной постановке.

Давление, обусловленное испарением металла, описывается формулой [13]

$$P_v = \frac{1}{2}(1 + \beta)P_o \exp\left(\frac{H_v \mu}{R} \left(\frac{1}{T_v} - \frac{1}{T}\right)\right), \quad (2)$$

где H_v — удельная теплота испарения (сублимации), Дж/кг; μ — молярная масса материала, г/моль; R — универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К); P_o — атмосферное давление, Па; T_v — температура ис-

парения (сублимации) при атмосферном давлении, K ; β — доля испаренных частиц, вернувшихся в расплав. Полагаем, что испарение происходит в вакуум, а эффект паровой экранировки [14] отсутствует, поэтому $\beta = 0$.

Мощность потерь на испарение w_v можно найти из выражения

$$w_v = -H_v \sqrt{\frac{\mu}{2\pi RT}} P_v. \quad (3)$$

Поток мощности на излучение вычисляется по закону Стефана—Больцмана

$$w_r = \varepsilon \sigma (T^4 - T_o^4), \quad (4)$$

где ε — степень черноты тела (для В₄С принятая равной 1); σ — постоянная Стефана—Больцмана, Вт/(м²·К⁴); T_o — начальная температура.

Физические свойства материалов, такие как плотность, теплоёмкость и теплопроводность, принимались зависящими от температуры. Вблизи фазового перехода (плавления) зависимости моделировались сглаженной функцией Хэвисайда

$$a = a^s + (a^l - a^s) Hf(T = T_m, dT), \quad (5)$$

где T_m — температура плавления, К; dT — «температурная» ширина фазового перехода, К; величина $a = \rho, k, C$; показатели s и l обозначают твёрдую и жидкую фазу соответственно. Сглаженная функция Хэвисайда с непрерывной второй производной задаётся выражением

$$Hf(x, d) = \begin{cases} 0 & \text{при } x \leq -d; \\ 1 & \text{при } x \geq d; \\ 0,5 + 0,9375 \left(\frac{x}{d}\right) - 0,625 \left(\frac{x}{d}\right)^3 + 0,1875 \left(\frac{x}{d}\right)^5 & \text{при } -d \leq x \leq d. \end{cases} \quad (6)$$

Для моделирования фазового перехода (плавления) используется метод эквивалентной теплоёмкости [12]. Зависимость теплоёмкости от температуры содержит в себе удельную теплоту плавления:

$$C_p^{eq} = C_p^s + (C_p^l - C_p^s) Hf(T - T_m, dT) + H_m \exp\left(\frac{-(T - T_m)^2}{\sqrt{\pi} d T^2}\right), \quad (7)$$

где C_p^s — теплоёмкость вольфрама в твёрдой фазе, Дж/(кг·К); C_p^l — теплоёмкость в жидкой фазе, Дж/(кг·К); T_m — теплота плавления, К; H_m — удельная теплота плавления, Дж/кг.

Для некоторых материалов зависимость теплофизических величин известна не во всём температурном диапазоне. Помимо этого, нужно иметь в виду, что свойства тонких плёнок могут отличаться от свойств объёмного материала. Для В₄С нет надёжных литературных данных по плотности и теплопроводности выше $T = 2500$ К, поэтому в первом приближении считалось, что эти свойства постоянны выше указанного значения. Для остальных веществ во всём диапазоне исследуемых температур использовались аппроксимационные зависимости, предложенные в литературе [15—22]. Такие характеристики, как молярная масса, температура и удельная теплота фазовых переходов, используемые в расчётной модели, представлены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1. Некоторые теплофизические свойства веществ, используемые при численном моделировании

Материал	μ , г/моль	T_m , К	H_m , кДж/кг	T_v , К	H_v , кДж/кг
Cu	63,5	1356	205	2840	4800
W	183,84	3695	284,5	5828	4482
B	10,81	2349	4937	4139	46 665
C	12,01	—	—	4200	59 112
В ₄ С	55,25	2743	1893	3773	53 880

Углерод при нагревании при атмосферном давлении сублимируется, поэтому для него в выражении (7) отсутствует член с экспонентой. Карбид бора при высоких температурах разлагается, поэтому для

него неприменима формула (2) для давления насыщенного пара. Считается, что давление насыщенного пара над карбидом бора можно вычислить по закону Рауля

$$P_v^{B_4C} = x_B P_v^B + x_C P_v^C, \tag{8}$$

где P_v^B и P_v^C — давление насыщенных паров бора и углерода при температуре T ; $x_B = 4/5$ и $x_C = 1/5$ — мольные доли этих газов в паре. Далее из формул (8) и (3) для карбида бора можно рассчитать давление насыщенного пара и поток тепла, уносимый с поверхности из-за испарения.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЧИСЛЕННОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

Верификация численной модели нагрева материала тепловым импульсом осуществлялась на экспериментальных данных, полученных в ходе измерения зависимости плотности энергии, поглощённой медным калориметром, от напряжения на электродах ускорителя (см. рис. 4, б). На рис. 6, а показано сопоставление расчётных и экспериментальных данных об интегральном нагреве приёмной пластины калориметра при варьировании мощности в приходящем на поверхность тепловом потоке w_e . Видно хорошее совпадение результатов.

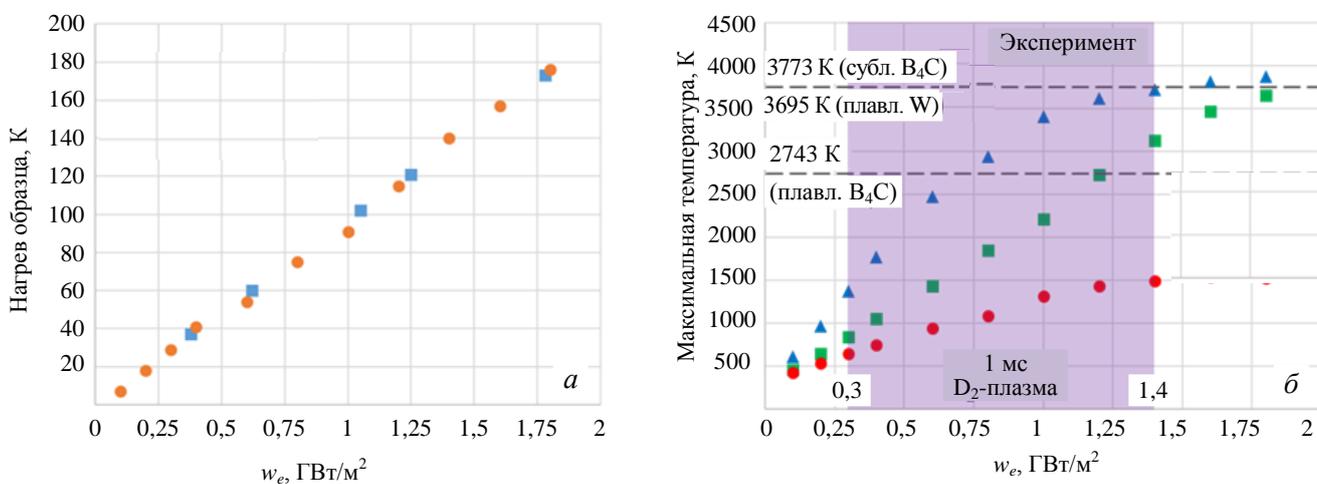


Рис. 6. Рост температуры приёмной пластины калориметра при увеличении тепловой нагрузки: экспериментальные (■) и расчётные значения (●) (а), расчёты максимальной температуры T_{max} на поверхности карбида бора (▲), вольфрама без покрытия (■) и вольфрама, покрытого 50 мкм B₄C (●)

В диапазоне тепловых нагрузок $Q = 0,1—1,8$ ГВт/м² при длительности воздействия 1 мс были проведены расчёты максимальной температуры T_{max} на поверхности карбида бора, вольфрама без покрытия и вольфрама, покрытого слоем 50 мкм B₄C (см. рис. 6, б). Видно, что при $Q = 0,7$ ГВт/м² поверхность карбида достигает температуры плавления 2743 К. Температура сублимации карбида 3773 К достигается при $Q \geq 1,5$ ГВт/м². Дальнейший рост температуры покрытия оказывается замедлен из-за интенсивного испарения материала.

Плавление вольфрама без покрытия (3695 К) ожидается при $Q \geq 1,8$ ГВт/м². Карбид бора эффективно защищает вольфрам от перегрева. С ростом тепловой нагрузки Q до 1,4 ГВт/м² температура на границе B₄C/W постепенно достигает $T_{max} \approx 1500$ К. Дальнейшее увеличение Q не ведёт к сколь либо заметному росту температуры из-за интенсивного испарения B₄C.

Таким образом, первичные эксперименты по исследованию эрозии тонкого защитного слоя B₄C на поверхности вольфрама при воздействии мощного потока дейтериевой плазмы следует проводить в диапазоне тепловых нагрузок $Q = 0,3—1,4$ ГВт/м² (длительность воздействия 1 мс). Указанный диапазон Q охватывает весь температурный диапазон защитного покрытия (вплоть до температуры сублимации карбида).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В ходе экспериментов были проведены две серии облучения вольфрамовых образцов с покрытием B₄C потоками дейтериевой плазмы на установке КСПУ-Т. Длительность облучения в каждом пуске бы-

ла одинакова и равна 1 мс. Тепловая нагрузка в каждой серии постепенно увеличивалась. Первая серия состояла из пяти последовательных облучений образца, полученного методом АПН. Тепловая нагрузка в серии принимала значения $w_e = 0,3; 0,5; 0,8; 1,0; 1,4$ ГВт/м². Вторая серия — четыре облучения образца, полученного методом ДН, при $w_e = 0,4; 0,6; 1,0; 1,1$ ГВт/м². Изображения поверхности образцов после облучения показаны на рис. 7.

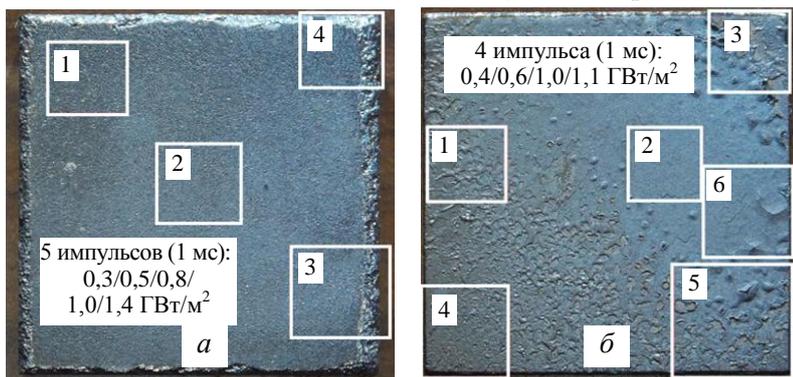


Рис. 7. Поверхность образцов после облучения плазмой: *a* — АПН; *б* — ДН

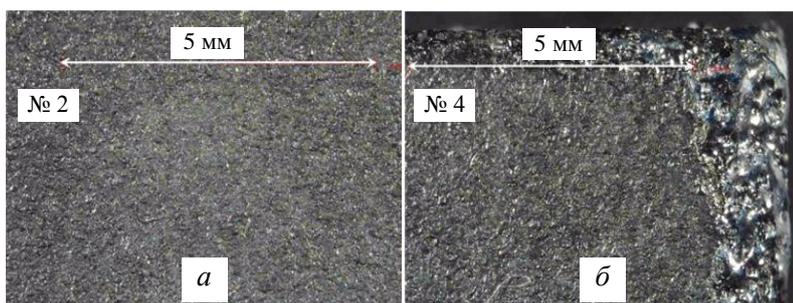


Рис. 8. Оптические изображения участков поверхности образца АПН после облучения плазмой

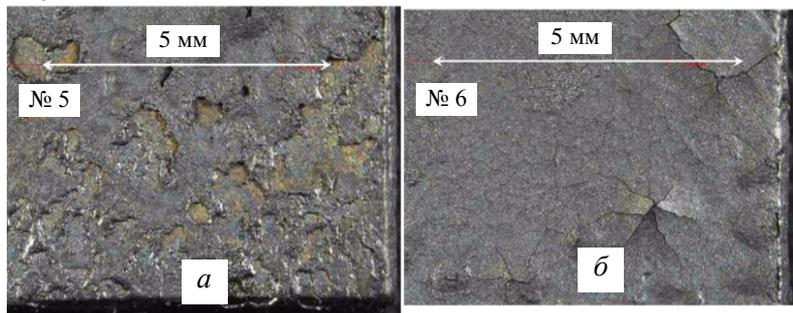


Рис. 9. Оптические изображения участков поверхности образца ДН после облучения плазмой

Покрытие из карбида бора, нанесённое методом АПН, не претерпело существенных изменений. Поверхность образца выглядит достаточно однородной (рис. 8, *a*). Вблизи кромок, которые, как правило, сильнее нагреты, наблюдается испарение защитного слоя, что приводит к плавлению вольфрама (рис. 8, *б*).

Несмотря на более низкие тепловые нагрузки и меньшее число плазменных воздействий, поверхность образца, полученного методом ДН, выглядит более повреждённой (см. рис. 7, *б*). Во многих местах (области 1, 3, 4, 5) заметно значительное уменьшение толщины защитного слоя, вплоть до основания (вольфрама). Под действием импульсных потоков плазмы образуются области с локальными вздутиями, происходит сильное растрескивание и раскрашивание покрытия (рис. 9, *б*).

Результаты исследования поверхности образцов на электронном микроскопе показаны на рис. 10. В обоих случаях наблюдается хрупкое разрушение карбида бора за счёт растрескивания. Характерная ширина трещин со-

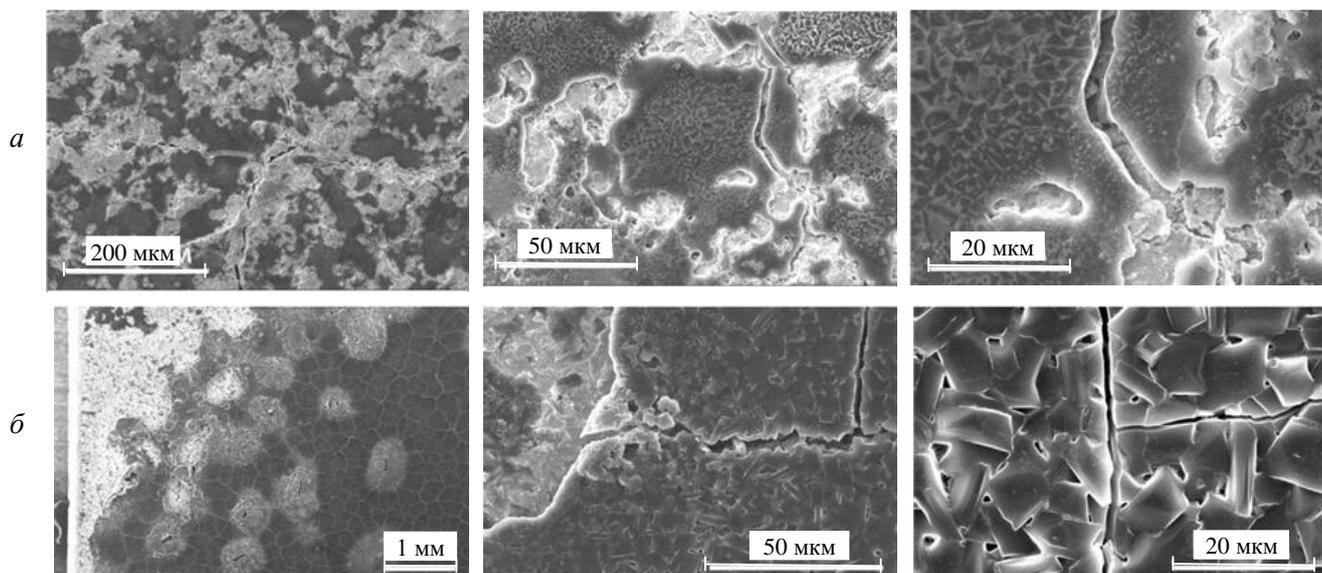


Рис. 10. СЭМ-изображения участков поверхности образцов после плазменного облучения: *a* — АПН; *б* — ДН

ставляет около 2 мкм. Растрескивание сопровождается выкрашиванием W_4C с поверхности вольфрама, а также перегревом вновь образовавшихся кромок материала.

В результате интенсивного теплового воздействия карбид бора плавится, а при его остывании на поверхности образцов формируются кристаллы. Наиболее отчётливо они видны для образца, полученного методом ДН (см. рис. 10, масштаб 20 мкм). Для этого же образца наблюдается формирование об-

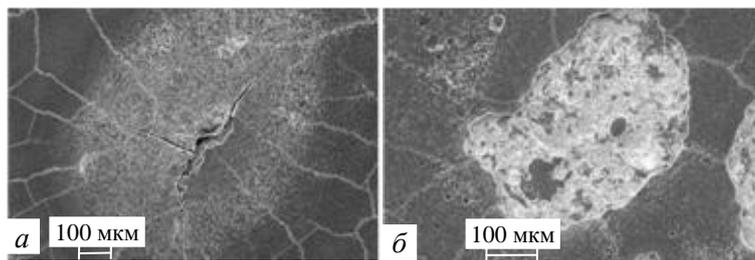


Рис. 11. СЭМ-изображения участков поверхности образца ДН после плазменного облучения: *a* — блистер до разрушения; *b* — после разрушения

ластей с характерным масштабом около миллиметра, в которых происходит «вздутие» покрытия. Оно покрыто сеткой трещин, некоторые из которых уходят вглубь материала (рис. 11, *a*). Из-за плохого теплового контакта W_4C с W при последующих плазменных воздействиях происходит разрушение покрытия и на этих местах формируются кратеры эрозии (рис. 11, *b*).

Элементный анализ поверхности образцов был выполнен методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Анализ проводился как до начала, так и после экспериментов. Результаты измерений представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2. Элементный состав покрытия на поверхности образцов до и после плазменного облучения

Элемент	АПН		ДН	
	Исх., % ат.	После, % ат.	Исх., % ат.	После, % ат.
B	80,75	77,22	74,66	78,04
C	17,96	13,64	16,20	19,01
Si	0,60	1,57	1,68	1,77
O	0,55	2,32	4,19	0,57
Fe	0,06	0,73	0,77	0,19
Al	0,05	1,71	0,80	0,20
W	0,02	2,39	1,39	0,03

В исходном образце с нанесением покрытия методом АПН соотношение В:С составляет 4,5 : 1. После облучения оно ещё больше смещается в сторону нехватки углерода — 5,7 : 1. Возможно, это связано с большей скоростью эрозии углерода по сравнению с бором. В качестве основных примесей в исходном образце присутствуют кремний (0,6% ат.) и кислород (0,55% ат.), а также незначительные количества железа (0,06% ат.), алюминия (0,05% ат.) и вольфрама (0,02% ат.).

После плазменного облучения количество примесей возрастает. Больше всего регистрируется вольфрама (2,39% ат., по-видимому, из-за перепыления с кромок) и кислорода (2,32% ат., из-за контакта с атмосферой при извлечении образца из вакуумной камеры сразу после облучения). Затем в порядке убывания идут алюминий (1,71% ат., остался на стенках камеры от предыдущих экспериментов), кремний (1,57% ат., один из компонентов вакуумного масла) и железо (0,73% ат., входит в состав пластины из нержавеющей стали, на которую крепится образец (см. рис. 4, *a*)).

В исходном образце с карбидом бора, нанесённым детонационным методом, соотношение В:С = 4,6:1. После облучения оно меняется в сторону более равновесного соотношения 4,1 : 1. По сравнению с образцом, полученным методом АПН, исходный ДН-образец содержал достаточно много примесей: кислород (4,19% ат.), кремний (1,68% ат.), вольфрам (1,39% ат.), алюминий (0,8% ат.), железо (0,77% ат.). Возможно, это связано с экспериментами, которые проводились ранее с образцом на лазерной установке в ИЯФ СО РАН [11]. После облучения дейтериевой плазмой на КСПУ-Т количество примесей в покрытии спадает. Основными из них являются кремний (1,77% ат.) и кислород (0,57% ат.), затем идут алюминий (0,20% ат.), железо (0,19% ат.) и вольфрам (0,03% ат.).

Идентификация кристаллических фаз покрытий образцов была выполнена методом рентгенофазового анализа. На рис. 12 и 13 соответственно показаны результаты измерений для образцов с покрытиями, полученными АПН- и ДН-методами.

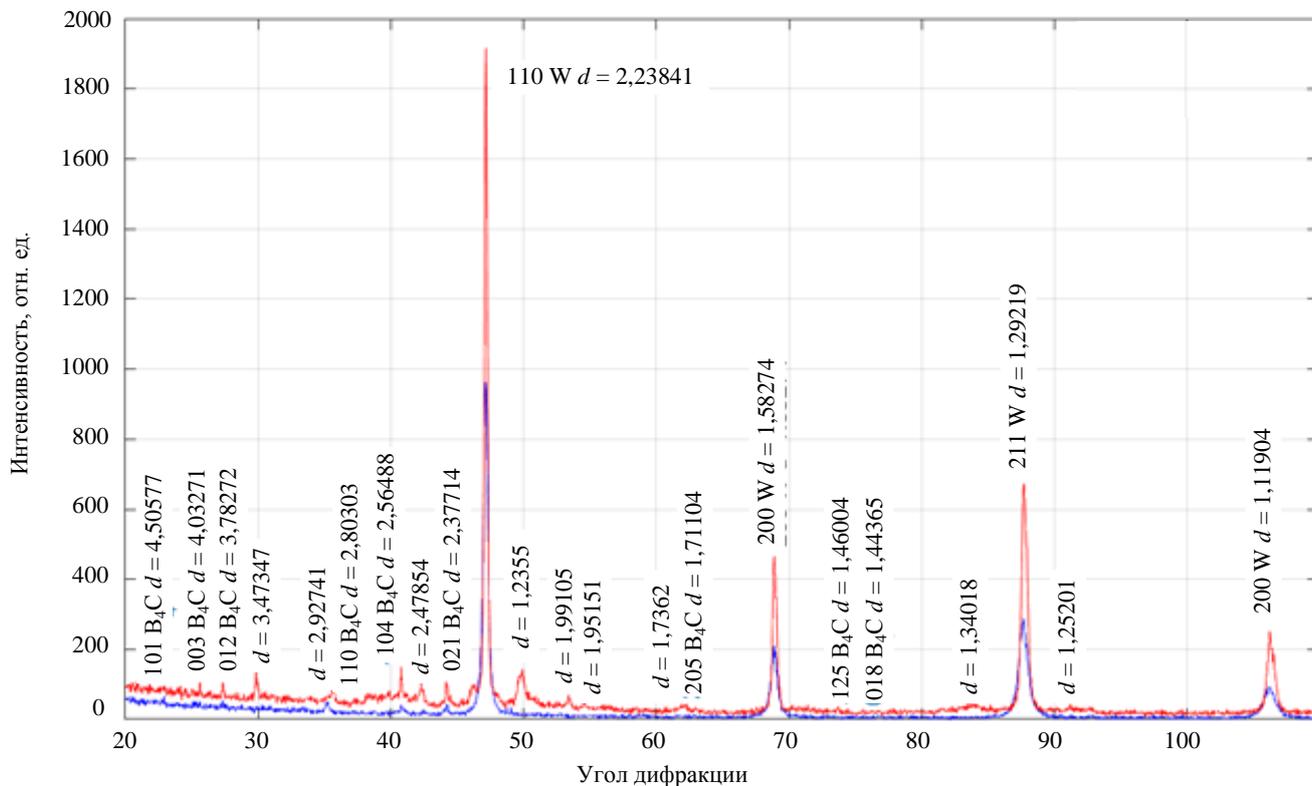


Рис. 12. Рентгенофазовый анализ состава образца АПН до (—) и после плазменного облучения (—)

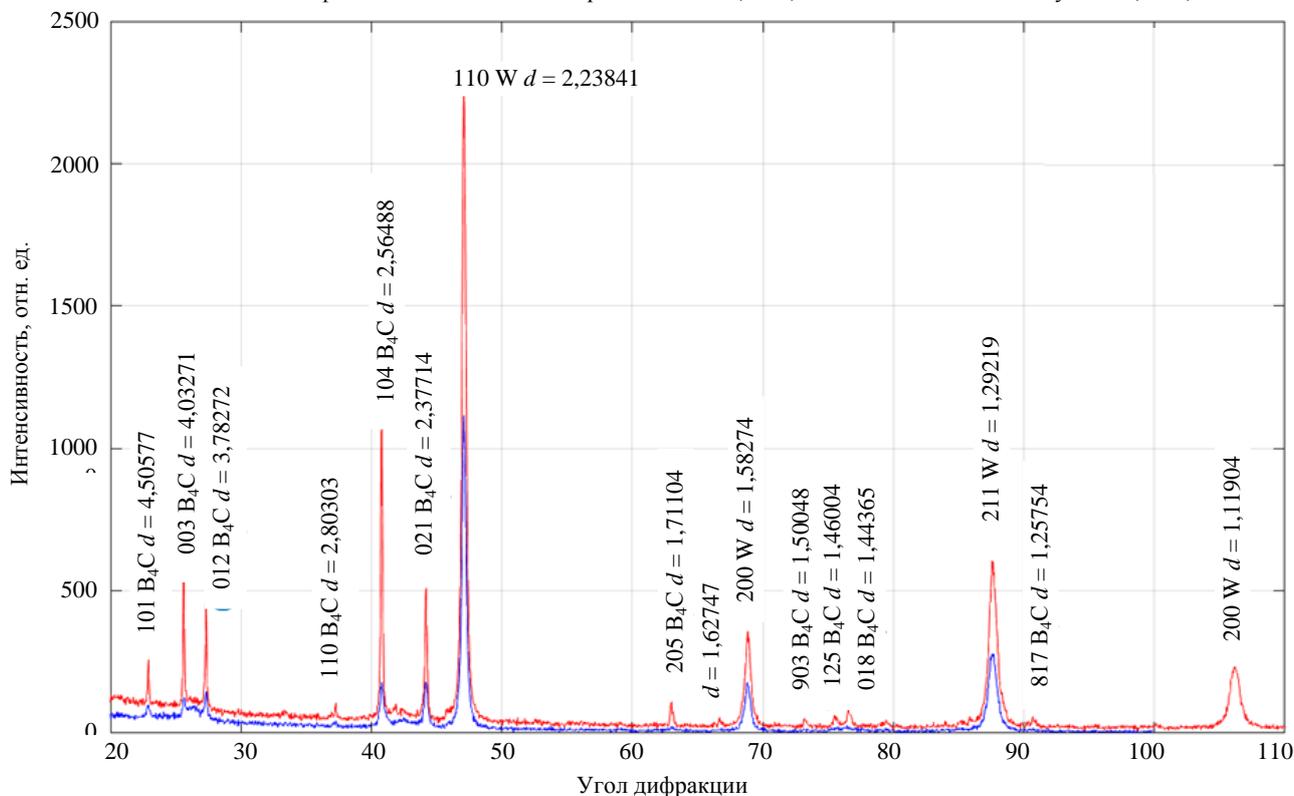


Рис. 13. Рентгенофазовый анализ состава образца ДН до (—) и после плазменного облучения (—)

В случае с АПН-покрытием на дифрактограмме необлучённого образца отчётливо видны пики рассеяния вольфрама. Линии, соответствующие дифракции на B_4C , практически незаметны. После плазменного облучения на поверхности образуются кристаллы карбида бора, о чём свидетельствует

появление на графике соответствующих пиков. Образование кристаллов также подтверждают описанные результаты исследований поверхности образцов на электронном микроскопе (см. рис. 10, а).

При детонационном методе напыления кристаллическая структура покрытия регистрируется на поверхности с самого начала (см. рис. 13, синяя кривая). Мощное плазменно-тепловое воздействие приводит к переплавлению карбида, которое сопровождается образованием достаточно крупных кристаллов (см. рис. 10, б). Этот процесс сопровождается существенным ростом интенсивности соответствующих дифракционных пиков (см. рис. 13, красная кривая).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе исследовалась эрозия тонкого защитного слоя карбида бора ($h \approx 50$ мкм), нанесённого на поверхность вольфрама методами ДН и АПН, при воздействии интенсивного потока дейтериевой плазмы на установке КСПУ-Т. Тепловые нагрузки в ходе экспериментов соответствовали ЭИМ-событиям и ослабленным срывам в ИТЭР: плотность мощности $w_e = 0,3\text{—}1,4$ ГВт/м² при длительности воздействия $\tau = 1$ мс.

В ходе работы проведено численное моделирование динамики нагрева образцов тепловым импульсом. Рассчитаны пороговые тепловые нагрузки, соответствующие плавлению и сублимации карбида бора. Методами оптической и электронной микроскопии изучена структура повреждений на поверхности. Путём энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии выполнен элементный анализ защитного слоя. Идентификация кристаллических фаз покрытий проведена методом рентгенофазового анализа.

В расчётах показано, что при плотности мощности $w_e = 0,7$ ГВт/м² поверхность карбида бора доходит до температуры плавления $T = 2743$ К. Температура сублимации 3773 К достигается при $w_e \geq 1,5$ ГВт/м², при этом на границе В₄С с вольфрамом $T \approx 1500$ К. Дальнейший рост температуры с повышением тепловой нагрузки оказывается сильно замедлен из-за интенсивного испарения.

Нанесённый на вольфрам карбид бора содержит примеси, среди которых кремний, кислород, вольфрам, железо и алюминий. В зависимости от предыдущей истории образцов при облучении плазмой содержание примесей может как увеличиваться (для АПН), так и уменьшаться (ДН).

Покрытие, полученное методом ДН, имеет более выраженную кристаллическую структуру. По сравнению с ним карбид бора, нанесённый на вольфрам путём АПН, можно считать практически аморфным. Под действием мощного плазменного потока В₄С плавится, а при остывании из расплава формируются кристаллы. Этот процесс наблюдается для обоих образцов, но более сильно он выражен для покрытия, полученного методом ДН.

В ходе плазменных испытаний наблюдается хрупкое разрушение карбида бора за счёт растрескивания. Этот процесс сопровождается выкрашиванием кусочков покрытия. Для образца, полученного методом ДН, наблюдается вздутия покрытия. Последующее воздействие плазмы приводит к разрушению «пузырей» и образованию на их месте кратеров эрозии. Поэтому даже при более низкой тепловой нагрузке ($1,1$ ГВт/м² вместо $1,4$ ГВт/м²) слой В₄С, полученный ДН, эродирует сильнее, чем слой В₄С, полученный с помощью плазмотрона.

REFERENCES

1. **Pitts R.A., Coad J.P., Coster D.P. et al.** Material erosion and migration in tokamaks. — *Plasma Physics and Controlled Fusion*, 2005, vol. 47, № 1 2B, pp. B303—B322.
2. **Krieger K., Maier H., Neu R. et al.** Conclusions about the use of tungsten in the divertor of ASDEX upgrade. — *J. of Nuclear Materials*, 1999, vol. 266—269, pp. 207—216.
3. **Rubel M., Philipps V., Pospieszczyk A. et al.** Overview of fuel retention in composite and tungsten limiters. — *Ibid.*, 2002, vol. 307—311, pp. 111—115.
4. **Landman I., Wuerz H.** Molecular dynamics simulations of the effect of deuterium on tungsten erosion by oxygen. — *Ibid.*, 2003, vol. 313—316, pp. 77—81.

5. **Hirai T., Pintsuk G., Linke J. et al.** Cracking failure study of ITER-reference tungsten grade under single pulse thermal shock loads at elevated temperatures. — *Ibid.*, 2009, vol. 390—391, pp. 751—754.
6. **Pestchanyi S.E., Landman I.S.** Simulation of dust production in ITER transient events. — *Fusion Eng. and Des.*, 2008, vol. 83, № 7—9, pp. 1054—1058.
7. **Airapetov A.A., Begrambekov L.B., Buzhinskiy O.I. et al.** Forming of the boron carbide coating in plasma and its behaviour under intense plasma irradiation. — In coll.: *Materials of VII-th conference «Plasma-surface interaction»*. Moscow, NRNU MEPhI, 2014, pp. 54—58 (in Russian).
8. **Buzhinskiy 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).
9. **Azizov E., Barsuk V., Begrambekov L. et al.** Boron carbide (B₄C) coating. Deposition and testing. — *J. of Nuclear Materials*, 2015, vol. 463, pp. 792—795.
10. **Klimov N.S., Podkovyrov V.L., Zhitlukhin A.M., Safronov V.M., Kovalenko D.V., Moskacheva A.A., Poznyak I.M.** Tungsten splashing under intense plasma flow. — *VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion)*, 2009, issue 2, pp. 52—61 (in Russian).
11. **Cherepanov D.E., Vyacheslavov L.N., Popov V.A. et al.** In situ study of thermal shock damage to high-temperature ceramics. — *Nuclear Materials and Energy*, 2023, vol. 36, pp. 1—8.
12. **Hu H., Argyropoulos A.S.** Mathematical modelling of solidification and melting: a review. — *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 1996, vol. 4, pp. 371—396.
13. **Samokhin A.A.** First order phase transitions induced by laser radiation in absorbing condensed matter. — In: *Effect of Laser Radiation on Absorbing Condensed Matter*. — New York: Nova Science Pub. Inc., 1990, pp. 1—47.
14. **Arakcheev A.S.** Theoretical and experimental research of melting, evaporation and formation of cracks on tungsten under intense plasma load. Dissertation for scientific degree of the cand. of phys.-math. sciences. G.I. Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS. Novosibirsk, 2020. 210 p. (in Russian).
15. **Ho C.Y., Powell R.W., Liley P.E.** Thermal Conductivity of elements. — *J. of Physical and Chemical Reference Data*, 1972, vol. 1, № 2, pp. 1—421.
16. **McBride B.J., Gordon S, Reno M.A.** Thermodynamic Data for Fifty Reference Elements. NASA Technical Paper 3287, 1993.
17. **Laquer H.L.** Low Temperature Thermal Expansion of Various Materials. Report AECD, 1952.
18. **White G.K., Roberts R.B.** Thermal expansion of reference materials: tungsten and α -Al₂O₃. — *High Temperatures — High Pressures*, 1983, vol. 15, № 3, pp. 321—328.
19. **Gaal P.S.** Thermal expansion of glassy carbon. — *High Temperatures — High Pressures*, 1972, vol. 4, № 5, pp. 551—557.
20. **Lynch J.F., Ruderer C.G., Duckworth W.H.** Engineering Properties of Selected Ceramic Materials. American Ceramic Society, 1966.
21. **Barin I.** Thermochemical data of pure substances. — VCH Verlagsgesellschaft mbH. D-69451 Weinheim (Federal Republic of Germany), 1995. 2003 p.
22. **Gilchrist K.E., Preston S.D.** Thermophysical property measurements on some neutron absorbing materials. — *High Temperatures — High Pressures*, 1979, vol. 11, № 6, pp. 643—651.

AUTHORS

Poznyak I.M. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia; teufida@gmail.com

Aliabev I.A. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia

Podkovyrov V.L. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia

Barsuk V.A. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia

Tsybenko V.Yu. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia

Biryulin E.Z. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia

Fedulaev E.D. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia

Novoselova Z.I. State Research Center of Russian Federation, Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», ul. Pushkovykh 12, 108840 Troitsk, Moscow, Russia; Moscow Institute of Physics and Technology, Institutskiy per. 9, 141701 Dolgoprudnyi, Moscow region, Russia

Received 15 January 2024

Revised 16 January 2024

Accepted 17 January 2024

Problems of Atomic Science and Technology
Ser. Thermonuclear Fusion, 2024, vol. 47, issue 1, pp. 99—110