

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./ $m^2$ . Предложен способ низкотемпературной «детритизации» покрытия. Кондиционирование покрытия облучением ионами водорода с энергией 50 эВ оставляло 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  $B:C \approx 3,8:1$ , плавилось в диапазоне 2500—3670 К, изменяло состав до  $B:C \approx 1,2:1$ , 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/ $m^2$ . 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  $B:C \approx 3.8:1$ , melted in the range of 2500—3670 K and changed the composition to  $B:C \approx 1.2:1$ , 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.

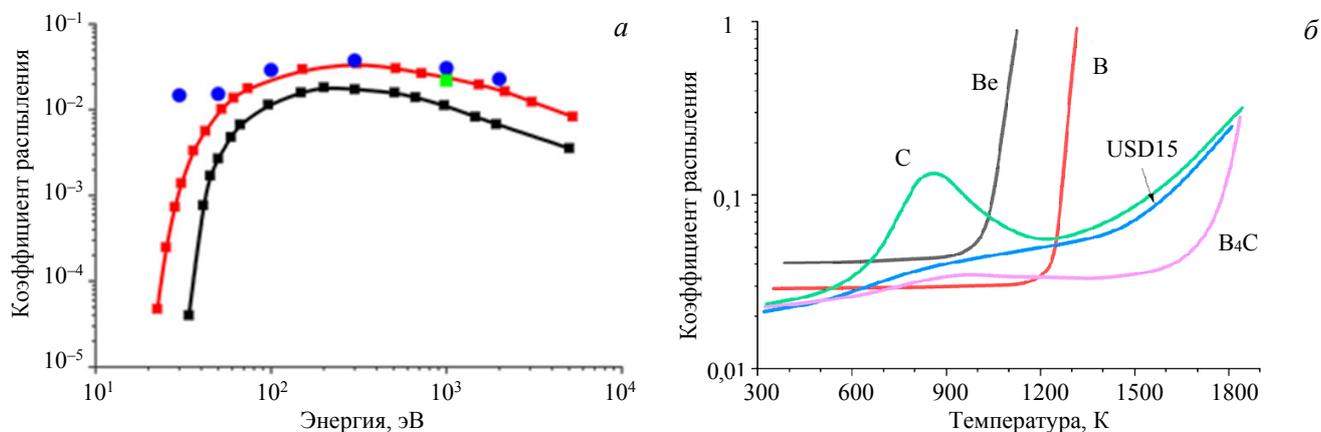


Рис. 1. Зависимость распыления карбида бора ионами водорода и дейтерия от энергии ионов [7—9]: —■— H, расч. [7], —■— D, расч. [7], ● — D, эксп. [8], ■ — D, эксп. [9] (а) и распыления карбида бора и других материалов ионами дейтерия с энергией 1 кэВ/ат. от температуры [9]: — — C, — — Be, — — B, — — USB15, — —  $B_4C$  (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  $270 \text{ МВт/м}^2$ ). Фотография и схемы установки показаны на рис. 2 [10—12]. В экспериментах использовалось покрытие карбида бора состава В/С= 3,6—4,0 и толщиной 2—5 мкм, сформированное осаждающимися на поверхность графита или вольфрама атомами бора и углерода, распылёнными ионами аргона с мишени.

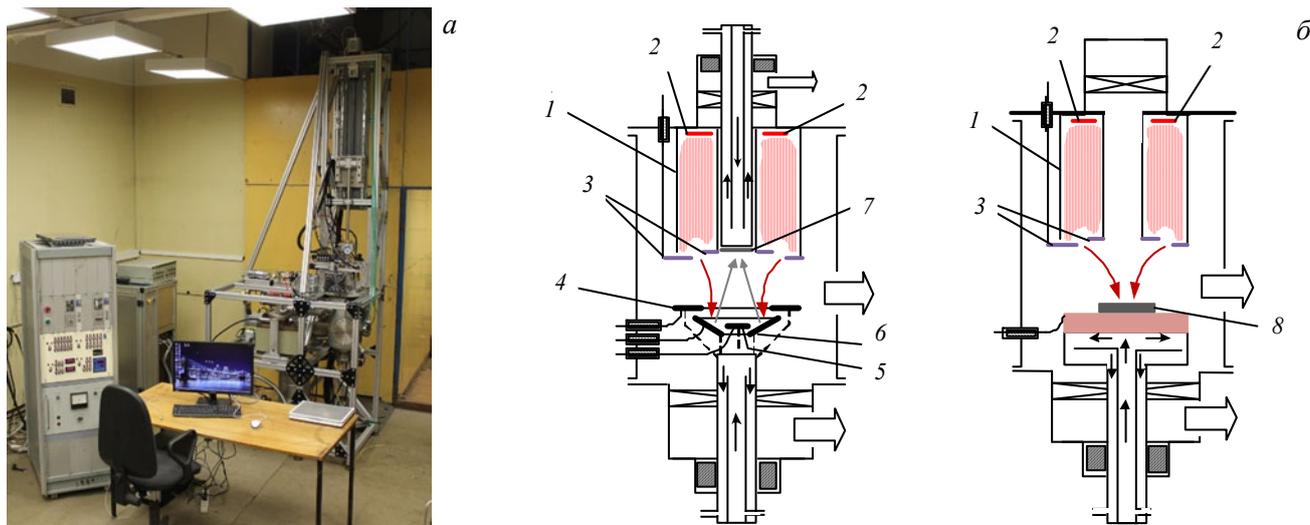


Рис. 2. Общий вид установки СОПТМАТ (а) и схемы установки в режиме напыления и тестирования (б): 1 — плазменная камера; 2 — накатный катод; 3 — анод; 4 — внешний антидинатронный электрод; 5 — внутренний антидинатронный электрод; 6 — мишень; 7 — подложка для напыления; 8 — тестируемый образец;  $\square$  — откачка;  $\uparrow$  — охлаждение;  $\rightarrow$  — поток ионов;  $\rightarrow$  — 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.

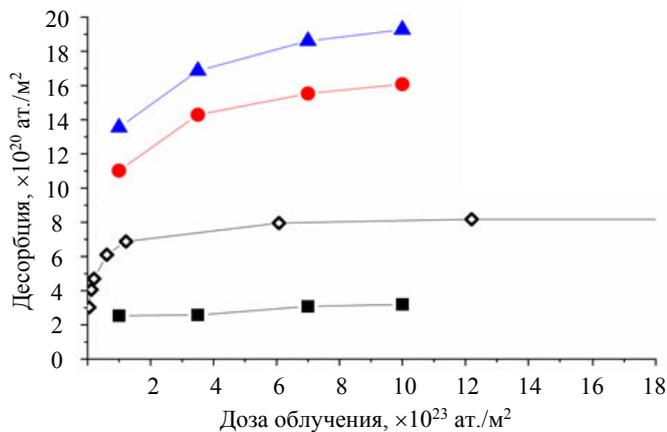


Рис. 3. Дозовая зависимость захвата дейтерия и водорода в покрытие карбида бора и в графит при облучении ионами  $\text{D}_2^+$  (энергия 650 эВ/ат., поток  $1,8 \cdot 10^{20} \text{ ат./(м}^2 \cdot \text{с)}$ , температура 630 К, давление  $8 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ ) и захвата водорода при облучении ионами  $\text{H}_2^+$  (энергия 100 эВ/ат., поток  $2,3 \cdot 10^{20} \text{ Н/(м}^2 \cdot \text{с)}$ , температура 470 К);  $\blacksquare$  — H;  $\bullet$  — D;  $\blacktriangle$  — H + D;  $\diamond$  — 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./м<sup>2</sup> и  $1,0 \cdot 10^{24}$  ат./м<sup>2</sup> при количестве захваченных атомов  $8 \cdot 10^{20}$  ат./м<sup>2</sup> и  $16 \cdot 10^{20}$  ат./м<sup>2</sup> 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 OH<sup>•</sup>, образующегося при диссоциации на облучаемой поверхности молекул воды, составляющих около 80% состава остаточного газа.

**Захват и удержание изотопов водорода в составе молекул CH<sub>4</sub>.** Дозовая зависимость десорбции метана из карбида бора такая же, как и водорода (рис. 4). Доля водорода, десорбирующегося из карбида бора в составе молекул CH<sub>4</sub>, 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 низкотемпературных 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).

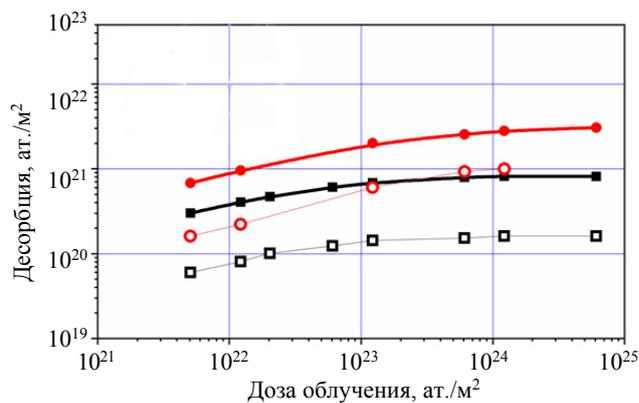


Рис. 4. Дозовая зависимость десорбции H<sub>2</sub> (● — графит, ■ — В<sub>4</sub>С) и CH<sub>4</sub> (◐ — графит, ◑ — В<sub>4</sub>С) из графита и из В<sub>4</sub>С, облучённых ионами водорода (энергия 100 эВ/ат., поток  $2,3 \cdot 10^{20}$  Н/(м<sup>2</sup>·с), температура 470 К) [14]

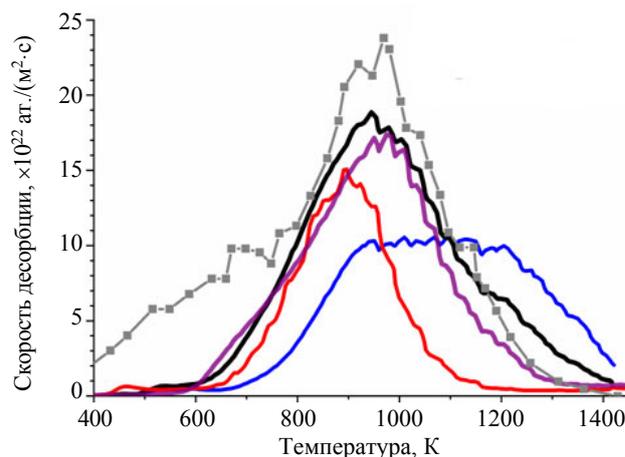


Рис. 5. Спектры термодесорбции атомов дейтерия, захваченных в графит, вольфрам и покрытия карбида бора на графите и вольфраме после облучения ионами дейтерия (энергия 650 эВ/ат., поток  $1,8 \cdot 10^{20}$  ат./(м<sup>2</sup>·с), доза  $7 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>, температура 630 К), а также в массив карбида бора (энергия 1000 эВ/ат., поток  $2,1 \cdot 10^{19}$  ат./(м<sup>2</sup>·с), доза  $2,7 \cdot 10^{22}$  ат./м<sup>2</sup>, температура 300 К) [17]: — графит; — В<sub>4</sub>С на графите; — вольфрам; — В<sub>4</sub>С на вольфраме; — массив В<sub>4</sub>С [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

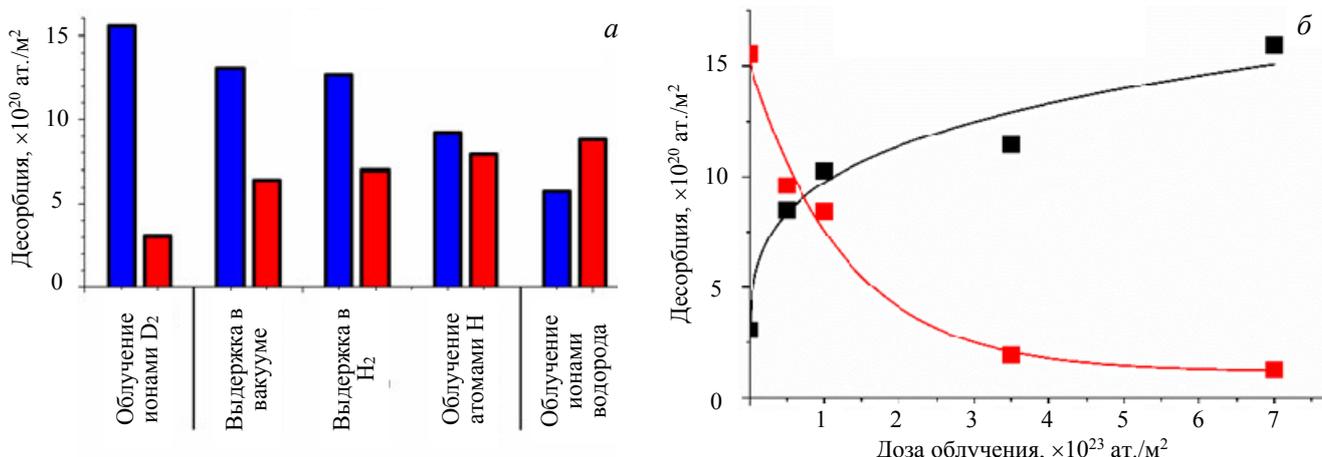


Рис. 6. Термодесорбция изотопов водорода из покрытия карбида бора на графите, облучённого ионами дейтериевой плазмы (энергия 650 эВ, поток  $1,8 \cdot 10^{20}$  ат./м<sup>2</sup>·с, доза  $7 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>), и затем выдержанных 1 ч в вакууме (давление  $2 \cdot 10^{-3}$  Па), в водороде (давление  $8 \cdot 10^{-1}$  Па), облучённых атомами водорода с тепловыми скоростями (1 ч, поток  $2,3 \cdot 10^{19}$  Н/(м<sup>2</sup>·с), доза  $8,3 \cdot 10^{22}$  Н/м<sup>2</sup>, давление  $8 \cdot 10^{-1}$  Па) и ионами водородной плазмы (55 мин, H<sub>2</sub><sup>+</sup>, энергией 50 эВ/ат., поток  $1,5 \cdot 10^{19}$  Н/(м<sup>2</sup>·с), доза  $5 \cdot 10^{22}$  Н/м<sup>2</sup>) (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./м<sup>2</sup> (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/(м<sup>2</sup>·с) вместо  $1,5 \cdot 10^{19}$  D/(м<sup>2</sup>·с)) или энергии ионов (100 эВ/ат. вместо 50 эВ/ат.) количество десорбированного 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

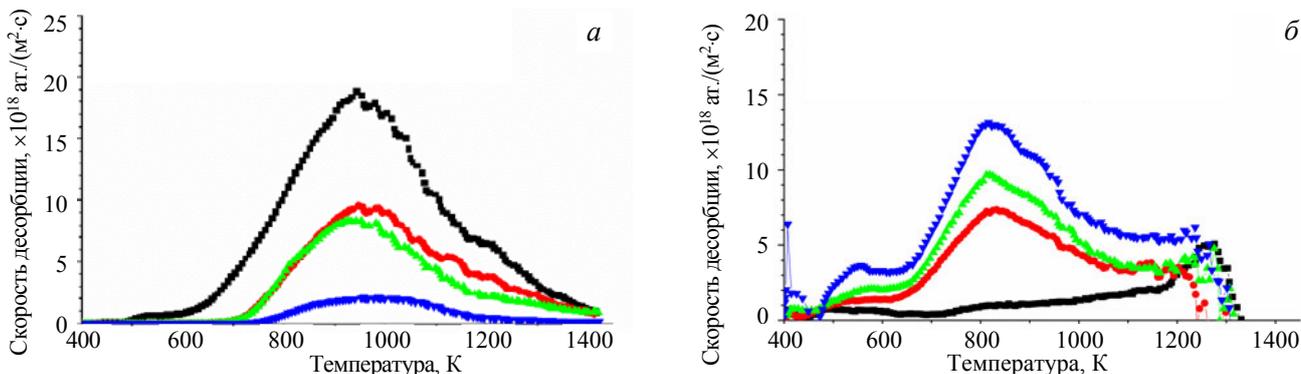


Рис. 7. ТДС-спектры дейтерия (а) и водорода (б) из покрытия карбида бора, облучённого ионами дейтериевой плазмы (энергия 650 эВ, поток  $1,8 \cdot 10^{20}$  D/(м<sup>2</sup>·с), доза  $7 \cdot 10^{23}$  D/м<sup>2</sup>) (■ — имплантация D<sub>2</sub><sup>+</sup>, а затем облучённого ионами водородной плазмы различными дозами (энергия 50 эВ/ат. поток  $7,5 \cdot 10^{19}$  Н/(м<sup>2</sup>·с), температура 630 К) (десорбция: ● —  $0,5 \cdot 10^{23}$  Н/м<sup>2</sup>, ▲ — облучение ионами водорода  $1 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup> и ▼ —  $3,5 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>)

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  $3 \cdot 10^2$  А/(м<sup>2</sup>·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  $3 \cdot 10^{23}$  ат./м<sup>2</sup>.

За время испытания расплылся слой толщиной  $\approx 2$  мкм. Покрытие после облучения сохранило целостность. На покрытии не наблюдалось трещин и отслоений после облучений. Средняя толщина расплывлённого слоя составила  $\approx 2$  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/м<sup>2</sup>. 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/(м<sup>2</sup>·с), приходился на угол образца и привёл к его плавлению и удалению.

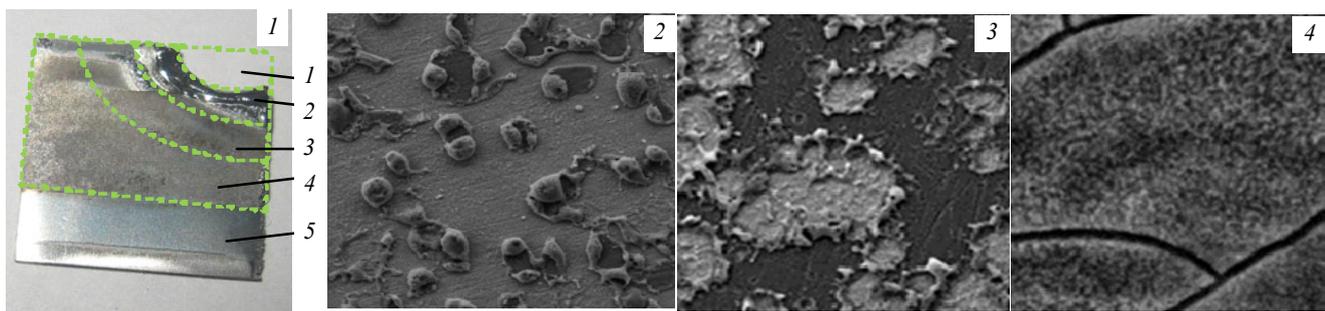


Рис. 8. Образец после воздействия плазмы: 1 — удалён угловой участок образца, расплавленный плазмой ( $\geq 3670$ ,  $K \geq 100$  МВт/м); микрофотографии участков: 2 — В:С  $\approx 1,2 : 1$ , 3670—2500 К, 70 МВт/м<sup>2</sup>; 3 — В:С  $\approx 3,1 : 1$ , 2500—2000 К, 40 МВт/м<sup>2</sup>; 4 — В:С  $\approx 3,8 : 1$ ,  $\leq 2000$  К, 10 МВт/м<sup>2</sup> (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 произошло 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/м<sup>2</sup>, 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/м<sup>2</sup>, 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.

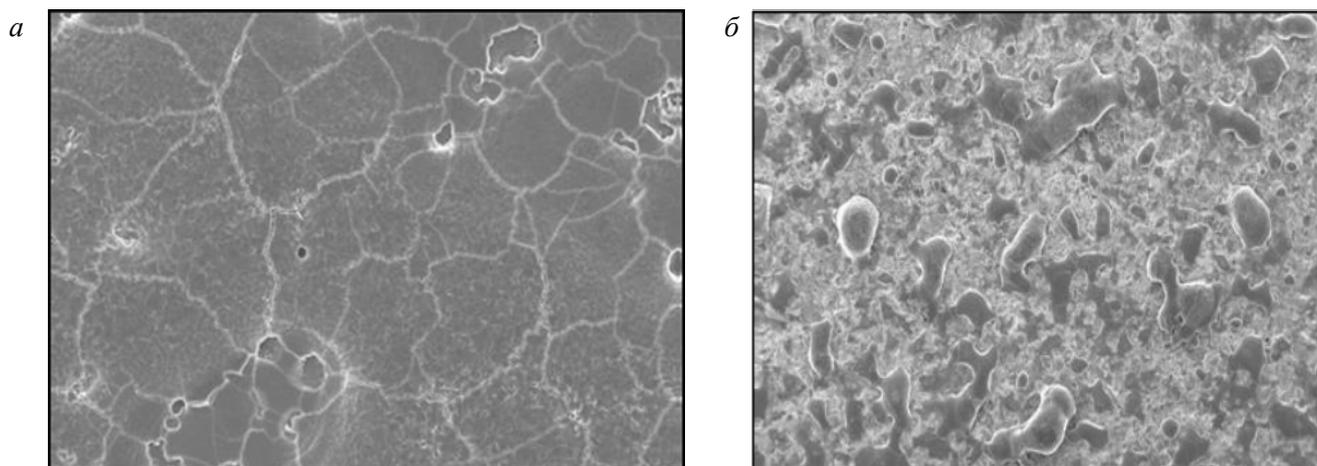


Рис. 9. Покрытие карбида бора на графите после облучения тремя (а) и 100 импульсами (б) мощностью от 1,0 до 0,2 ГВт/м<sup>2</sup>

## 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./ $\text{м}^2$ .

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/ $\text{м}^2$  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, инициированной на смеси аргона и дейтерия ( $\text{Ar} : \text{D} = 1 : 1$ ). Полученные плёнки облучались ионами плазмы с накальным катодом, инициированной 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 ( $\text{B}_4\text{C}$ ) 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  $\text{B}_4\text{C}$  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  $\text{B}_4\text{C}$  при дозах облучения около  $7 \cdot 10^{23}$  ат./ $\text{м}^2$  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/ $\text{м}^2$ .

При циклическом нагреве покрытия карбида бора толщиной 5 мкм на вольфраме потоком ионов плазмы мощностью 15,5 МВт/ $\text{м}^2$  (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./ $\text{м}^2$  (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  $\approx 2$  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/ $\text{м}^2$  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  $\leq 100$  МВт/ $\text{м}^2$  и длительностью около 300 мс, была расплавлена и удалена. На участках покрытия, прогревавшихся до 2500—3670 К (средняя мощность облучения 70 МВт/ $\text{м}^2$ ), со-

став покрытия изменялся до В:С  $\approx 1,2 : 1$ , его верхние слои фрагментировались, собирались в глобулы и оплавливались. 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 ( $40 \text{ МВт/м}^2$ ) 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.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Велихов Е.П., Ильгисонис В.И.** Перспективы термоядерных исследований. — Вестник Российской академии наук, 2021, т. 91, № 5, с. 470—478; doi: 10.31857/S0869587321050248. EDN JPLGBG.
2. **Стрелков В.С.** Термоядерная энергетика: 60 лет исследований. Что дальше? — ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2016, т. 39, вып. 1, с. 5—14; doi: 10.21517/0202-3822-2016-1-5-14. EDN VQXVZN.
3. **Varabaski 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. **Красильников А.В., Коновалов С.В., Бондарчук Э.Н. и др.** Токамак с реакторными технологиями (TRT): концепция, миссии, основные особенности и ожидаемые характеристики. — Физика плазмы, 2021, т. 47, № 11, с. 970—985; doi: 10.31857/S0367292121110196.
5. **Шарапов В.М.** Плазмохимическая обработка разрядных камер термоядерных установок с магнитным удержанием плазмы (обзор). — ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2020, т. 43, вып. 2, с. 5—12; doi: 10.21517/0202-3822-2020-43-2-5-12. EDN MPJSYI.
6. **Sharapov V.M.** Discharge Chamber Plasma-Chemical Conditioning in Magnetic Confinement Fusion Devices (Review). — Phys. Atom. Nuclei., 2021, vol. 84, p. 1266—1271; <https://doi.org/10.1134/S1063778821070139>.
7. **Ohno T. et al.** — J. of Nucl. Mater., 1996, vol. 232, p. 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, p. 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. **Азизов Э.А., Айрапетов А.А., Беграмбеков Л.Б. и др.** Установка для нанесения покрытия карбида бора и тестирования материалов и покрытий при интенсивном плазменном облучении. — ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2014, т. 37, вып. 4, с. 30—38. EDN: TAZSRF.
13. **Airapetov 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, p. 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, p. 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 D<sub>2</sub> and CD, from bulk-boronized graphites. — J. of Nucl. Mater., 1992, vol. 187, p. 191—196; doi: 10.1016/0022-3115(92)90496-8.
17. **Mayer M. et al.** —Ibid., 1998, vol. 252, p. 55—62; doi: 10.1016/s0022-3115(97)00299-7.
18. **Айрапетов А.А., Беграмбеков Л.Б., Довганюк С.С., Каплевский А.С.** Захват и удержание изотопов водорода в графите при последовательном облучении в водородной плазме. — Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2018, № 6, с. 48—53.
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. **Бужинский О.И., Барсук В.А., Беграмбеков Л.Б., Климов Н.С., Отрошенко В.Г., Путрик А.Б.** Испытание защитного покрытия В<sub>4</sub>С при облучении интенсивными потоками плазмы на установке КСПУ-Т. — ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2015, т. 38, вып. 2, с. 32—37.
22. **Buzhinskij O., Otroshenko V., Barsuk V.** Renewable boron carbide coating in plasma shots of tokamak T11-M. — J. Nucl. Mater., 2009, vol. 390—391, p. 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, p. 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, p. 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, p. 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, p. 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, p. 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, p. 1153—1159; doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.01.148.
29. **Айрапетов А.А., Беграмбеков Л.Б., Войтук А.Н.** Способ удаления углеродсодержащих слоев и пыли из вакуумных камер плазменных установок. Патент на изобретение RU 2674997 C1, 14.12.2018. Заявка № 2018106002 от 16.02.2018.
30. **Airapetov A., Terentiev V., Voituk A., Zakharov A.** Methods of boron-carbon deposited film removal. — *Physics Procedia*, 2015, vol. p. 58—62; doi: 10.1016/j.phpro.2015.08.312.

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ», 155409 МОСКВА,  
КАШИРСКОЕ ШОССЕ 31, РОССИЯ**



Леон Богданович  
Беграмбеков, про-  
фессор, д.ф.-м.н.  
lbbegrambekov@mephi  
.ru



Алексей Алексан-  
дрович Айрапетов,  
с.н.с., к.ф.-м.н.



Андрей Викторович  
Грунин, инженер



Сергей Сергеевич  
Довганюк, заве-  
дующий лабора-  
торией, инженер



Ярослав Алексеевич  
Садовский, доцент,  
к.ф.-м.н.

Статья поступила в редакцию 11 января 2024 г.  
После доработки 15 января 2024 г.  
Принята к публикации 17 января 2024 г.  
Вопросы атомной науки и техники.  
Сер. Термоядерный синтез, 2024, т. 47, вып. 1, с. 54—64.