

А.А. АЙРАПЕТОВ, Л.Б. БЕГРАМБЕКОВ, О.И. БУЖИНСКИЙ¹,
С.В. ВЕРГАЗОВ, А.В. ВЛАСЮК, А.Н. ВОЙТЮК, А.В. ГРУНИН,
А.А. ГОРДЕЕВ, А.М. ЗАХАРОВ, А.М. КАЛАЧЕВ, Н. КЛИМОВ¹,
Я.А. САДОВСКИЙ, П.А. ШИГИН, С.А. БЕГРАМБЕКОВА
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
¹ГНЦ РФ ТРИНИТИ, Москва*

ФОРМИРОВАНИЕ ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА В ПЛАЗМЕ И ЕГО ПОВЕДЕНИЕ ПРИ ИНТЕНСИВНОМ ПЛАЗМЕННОМ ОБЛУЧЕНИИ

В настоящее время в качестве контактирующего с плазмой материала в диверторе ИТЕР предполагается вольфрам. Однако, при интенсивных плазменных нагрузках наблюдается растрескивание, образование пыли, шелушение поверхности вольфрамовых тайлов. Ситуацию могло бы улучшить применение возобновляемого in-situ защитного покрытия. Таким покрытием могло бы быть покрытие карбида бора, нанесение которого возможно в регулярном разряде ИТЭРа путем разложения паров карборана ($B_{12}C_{10}H_2$) в плазме [1].

Доклад представляет результаты первого этапа разработки методики осаждения в плазме покрытия карбида бора на поверхность вольфрама. Описывается экспериментальный высоковакуумный стенд осаждения покрытий (ЭВВСОП), созданный для нанесения покрытий карбида бора и результаты первых экспериментов по осаждению покрытий.

Покрытие карбида бора формируется в установке из атомов бора и углерода, распыленных ионами плазмы соответственно с борной и углеродной мишеней. Основным элементом установки является вакуумная камера, в которой установлены распыляемые мишени и плазменная камера. Подложка вводится в вакуумную камеру на подвижном вводе через систему шлюзования. Вакуумная камера установки откачивается турбомолекулярным насосом со скоростью откачки 210 л/сек. Давление остаточных газов в установке не выше 2×10^{-8} торр, что при скорости напыления ≈ 10 мкм/час обеспечивает количество примесей в напыляемом покрытии не более 0,1%. Контроль состава остаточного газа выполняется при помощи масс-спектрометрического блока, который состоит из квадрупольного масс-спектрометра, вакуумной камеры и системы откачки. С вакуумной камерой установки масс-спектрометрический блок соединен двумя линиями с разной проводимостью. Для контроля состава остаточного вакуума используется линия с большей проводимостью. В линии с малой

проводимостью установлен механический натекагель, позволяющий осуществлять контролируемый напуск газов из вакуумной камеры установки в масс-спектрометрический блок во время проведения напыления, когда давление в вакуумной камере установки повышается до 6×10^{-4} торр.

Напыляемый образец (подложка) закрепляется в специальном держателе на полированном медном оконечнике подвижного ввода. Внутри подвижного ввода циркулирует проточная вода, охлаждающая медный оконечник. Обратный поток воды идет непосредственно по объему трубы подвижного ввода, охлаждая ее стенки. В вакуумной камере установки предусмотрено окошко, позволяющее наблюдать образец и мишени в процессе напыления. При одном и том же режиме напыления возможно изменение температуры подложки путем размещения специальных прокладок между охлаждаемым оконечником и подложкой.

Установка оснащена шлюзовой камерой с отдельным форвакуумным насосом, что обеспечивает быструю смену подложек без потери высокого вакуума в камере установки. Движение подвижного ввода обеспечивает моторизованный линейный привод, имеющий точность позиционирования не хуже 50 мкм. Таким образом, в каждом эксперименте положение образца при напылении остается одним и тем же.

Рабочим газом является аргон, подающийся непосредственно из баллона, закрепленного на раме установки. Плазменная камера имеет два независимых катода и два концентрических анода в форме колец. Вытягивание ионов на мишени происходит сквозь зазор между кольцевыми анодами. В установке предусмотрено управление формой вытягиваемого из плазмы потока ионов или электронов, чтобы сделать возможным её использование как для напыления покрытий карбида бора (и напыления других покрытий) так и для тестирования материалов и покрытий при облучении импульсными потоками ионов и электронов большой плотности мощности. Для решения первой из этих задач необходимо облучать ионами сравнительно большую площадь мишеней ($15-20 \text{ см}^2$), в форме круга или кольца и при этом иметь возможность менять плотность потока ионов на различные участки облучаемой поверхности. Во втором случае необходимо фокусировать пучок и облучать ионами или электронами поверхность площадью $\approx 1 \text{ см}^2$.

Форма (круг или кольцо) и размеры площади облучаемой поверхности меняются в основном следующими операциями, выполняемыми без развакуумирования установки, это – изменение расположения относительно друг друга частей анода: внутренней и внешней, и перемещение облу-

чаемой поверхности относительно анода. Эти операции позволяют облущать круглую или кольцевую площадку различных размеров потоком частиц, вытягиваемых из плазмы через кольцевую щель между частями анода.

Напыление покрытия начинается после подачи высокого напряжения на распыляемые мишени. Борная мишень представляет из себя конусообразную графитовую ёмкость, в которую насыпан порошок бора. Графитовая мишень выполнена в виде кольца, охватывающего борную мишень. При подаче отрицательного относительно плазмы потенциала на мишени начинается их распыление и атомы бора и углерода, оседающие на подложку формируют бороуглеродное покрытие. Для изменения относительных скоростей распыления мишеней подача потенциалов на них осуществляется независимо, также возможно перемещение мишеней относительно друг друга. Высоковольтный блок, созданный специально для данной установки, обеспечивает подачу стабилизированного напряжения от 1 до 25 кВ на каждую из мишеней. Блок обеспечивает выходную мощность до 2700 Вт на канале борной мишени и до 900 Вт на канале углеродной мишени, что при напряжении 25 кВ соответствует токам 108 и 36 мА.

В первых экспериментах выполнялся подбор соотношения потенциалов на мишенях. Было получено стехиометрическое соотношение бора и углерода (B_4C) в напыляемых покрытиях. Анализ соотношения выполнялся при помощи рентгеновского энерго-дисперсионного анализа (EDS) на электронном микроскопе TESCAN. Состав покрытия, полученного в одном из экспериментов, приведен в таблице 1.

| Элемент | B | C | O | Mg | Cl | W | Всего |
|---------|-------|-------|------|------|------|------|--------|
| ат. % | 79,54 | 19,32 | 0,70 | 0,02 | 0,01 | 0,42 | 100,00 |

Табл. 1. Концентрация элементов в покрытии карбида бора

Для проверки адгезионных свойств полученных покрытий были проведены два этапа термоциклирования. В первом из них образцы подвергались термоциклированию в установке «МИКМА». Давление остаточного газа в установке в процессе термоциклирования составляло 1×10^{-7} торр, массовый состав остаточного газа – 95% H_2O и 5% H_2 .

Один цикл нагрева образца включал:

1) Нагрев образца до максимальной температуры ($1280^\circ C$ в центральной части) за 10 секунд и выдержка при такой температуре в течение минуты,

2) Выключение нагревателя и остывание образца до температуры 380 К в течение 3 минут.

Всего было сделано 8 последовательных циклов нагрева образца. До и после термоциклирования образец помещался в электронный микроскоп, где анализировалась его поверхность и методом EDS анализировался элементный состав покрытия. Для EDS анализа использовался пучок электронов с энергией 30 кэВ. Такой пучок вызывает вылет анализируемых рентгеновских квантов с глубин до 1 мкм. Это позволило, сравнивая концентрации В, С, W, судить об изменении толщины пленки и её состава в процессе термоциклирования.

Второй этап термоциклирования проводился на Универсальной установке ионного облучения. Обратная сторона образца облучалась ионами аргона самостоятельного газового разряда с накальным катодом. Параметры ионного облучения: энергия ионов $6\div 7$ кВ, ток ионного пучка 35-40 мА, таким образом, образец грелся облучением мощностью 240 Вт, температура образца при этой мощности составляла 1430°C . Было проведено 5 циклов, в каждом из которых образец нагревался до вышеуказанной температуры, выдерживался при ней в течении 30 секунд, после чего ионное облучение прекращалось и образец остывал до 300°C в течении 5 мин. До и после термоциклирования образец помещался в электронный микроскоп, где анализировался рельеф его поверхности и методом EDS измерялся элементный состав покрытия.

Обнаружено, что после первого цикла тестирования ни состав покрытия, ни его толщина в рамках ошибки измерений не изменились. После второго цикла и состав покрытия, и его толщина изменились: покрытие утонилось и уменьшилось отношение В/С в покрытии. Вместе с тем, следует отметить, что покрытие осталось сплошным. На покрытии не было обнаружено трещин и других проявлений его разрушения.

Полученные результаты можно поставить в соответствие с результатами экспериментов по изучению зависимости коэффициента распыления карбида бора от температуры. Было показано, что в диапазоне 1400-1500 С происходит резкий рост коэффициента распыления карбида бора [2]. Можно предположить, что в этом диапазоне температур происходит перестройка фазового состава карбида бора, сопровождающаяся уменьшением концентрации в нем бора.

Образцы графита, покрытые карбидом бора толщиной 20-40 мкм испытывались в установке КСПУ-Т. Тепловые нагрузки составляли до 1 ГВт/м^2 в центре образцов и до 0.2 ГВт/м^2 по краям. Был проведен анализ

образцов после 3, 15, 50 и 100 «выстрелов» КСПУ. Показано, что температура покрытия повышалась до 2400 К в процессе облучения. После 100 «выстрелов» покрытие практически полностью исчезло в тех местах, где его толщина была минимальной, либо где на подложке были поры и полости. В других местах покрытие осталось целым и защищало графит от повреждений.

[1] L.B. Begrambekov, O.I. Buzhinsky, A.M. Zakharov, Possibility of protecting renewable B_4C coating application in ITER, PSI-2010 conference materials.

[2] J. Roth, J. Nucl. Mater. 176-177 (1990) 132.