УДК:533.9.07, 620.169.2

УСТАНОВКА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ КАРБИДА БОРА И ТЕСТИРОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ ПРИ ИНТЕНСИВНОМ ПЛАЗМЕННОМ ОБЛУЧЕНИИ

Э.А. Азизов², А.А. Айрапетов¹, Л.Б. Беграмбеков¹, О.И. Бужинский², С.В. Вергазов¹, А.В. Грунин¹,
А.А. Гордеев¹, А.М. Захаров¹, А.М. Калачев¹, И.В. Мазуль³, Р.А. Рахманов¹, Я.А. Садовский¹, П.А. Шигин¹

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

²Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований, Троицк, Москва, Россия

³Открытое акционерное общество «Научно-исследовательский институт электрофизической аппаратуры им. Д.В. Ефремова», Санкт-Петербург, Россия

В работе проводится краткий обзор установок, предназначенных для тестирования материалов первой стенки ТЯР при высоких тепловых и корпускулярных нагрузках. Описана созданная в рамках работы установка, позволяющая проводить напыление защитных покрытий на основе карбида бора и проводить испытания материалов при тепловых нагрузках до 40 МВт/м². Приведены результаты первых экспериментов по напылению покрытий карбида бора и тестированию этих покрытий и перенапыленных вольфрамовых слоев.

Ключевые слова: защитные покрытия, карбид бора, перенапыленные слои, тестирование материалов, покрытий, первая стенка ТЯР, взаимодействие плазмы с поверхностью, облучение, распыление, вольфрам, тонкие плёнки.

COMBINED DEVICE USED FOR BORON CARBIDE COATING DEPOSITION AND MATERIAL TESTING UNDER HIGH INTENSITY PLASMA HEAT LOADS

E.A. Azizov², A.A. Ayrapetov¹, L.B. Begrambekov¹, O.I. Buzhinsky², S.V. Vergazov¹, A.V. Grunin¹, A.A. Gordeev¹,
A.M. Zakharov¹, A.M. Kalachev¹, I.V. Mazul³, R.A. Rakhmanov¹, Ya.A. Sadovskiy¹, P.A. Shigin¹

¹National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

²State Research Center of Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research, Troitsk, Moscow, Russia

³Joint Stock Company "D.V. Efremov Scientific Research Institute of Electrophysical Apparatus", St. Petersburg, Russia

A brief review of existing high heat load testing devices is presented. A new device capable of depositing protective boron carbide films and testing materials with high heat fluxes is described. Heat loads of up to 40 MW/m² could be obtained using the device. Results of first experiments on boron carbide film deposition and testing of B₄C as well as tungsten redeposited layers are presented.

Key words: protective coatings, B₄C coating, boron carbide coating, redeposited layers, material testing, coating testing, first wall PFC, plasma-surface interaction, irradiation, sputtering, tungsten, thin films.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в качестве контактирующего с плазмой материала дивертора ИТЭР предполагается вольфрам. Исследования последних лет показали, что под действием плазменного облучения большой плотности мощности наблюдаются растрескивание вольфрама, интенсивная эрозия, эмиссия макроскопических частиц, оплавление при сравнительно низких температурах и другие процессы, способные, в конечном итоге, привести к ускоренному разрушению вольфрамовых тайлов дивертора ИТЭР [1—5].

В работе [6] было показано, что предохранить вольфрамовые тайлы ИТЭР от воздействия плазмы и таким образом предотвратить развитие перечисленных процессов можно, используя *in situ* возобновляемое защитное покрытие карбида бора (B₄C). Нанесение покрытия возможно в регулярном разряде ИТЭР из паров карборана (B₁₂C₁₀H₂) [7].

Покрытие B₄C имеет высокую температуру плавления (2763 °C), характеризуется низким коэффициентом распыления при температуре до 1400 °C, в частности, отсутствием химического распыления [8], имеет низкую способность захвата водорода [9]. Продукты его эрозии могут быть газифицированы и удалены из установки. При использовании возобновляемого покрытия B₄C предотвращается накопление заметных количеств трития в контактирующих с плазмой материалах, поскольку периодически распыляемое и возобновляемое покрытие не будет иметь толщину более 30—50 мкм. В то же время слои, осаждающиеся при эрозии покрытия, будут газифицироваться и удаляться из установки до их превращения в пыль. Таким образом не будут накапливаться эти потенциальные «аккумуляторы» больших количеств трития.

Перевод в практическую плоскость вопроса об использовании покрытия В₄С в термоядерных установках сдерживается тем обстоятельством, что до настоящего времени не разработаны режимы осаждения покрытия В₄С на вольфрам в плазме и не проведено достаточно продолжительное тестирование покрытия в установках, имитирующих условия дивертора ИТЭР. Тестирование поведения материалов в условиях интенсивного плазменного и корпускулярного облучения в настоящее время ведётся на установках различных лабораторий. Квазистационарные плазменные ускорители, такие, как КСПУ-Т [10] или КСПУ-Х50 [11], способны подвергать испытываемые образцы облучению импульсными плазменными потоками плотностью мощности до 5 ГВт/м² и длительностью менее мс. Время между импульсами составляет несколько минут, поэтому испытания материалов обычно ограничиваются примерно сотней импульсов. Крайне большие тепловые нагрузки достижимы в установках с электронным пучком типа JUDITH II [12]. В данной установке используется электронный пучок высокой мощности (до 200 кВт), развёрткой которого по поверхности испытываемого образца достигается облучение желаемой плотности мощности. Возможна симуляция очень коротких нагрузок путём быстрого перемещения электронного луча между образцом и специальной болванкой. Установки с вытягиванием ионного пучка из сильно-точного разряда типа Magnum-PSI [13], MARION [14] или PISCES [15] позволяют получать плотность мощности облучения до 20 МВт/м² в течение десятков и сотен секунд, но являются достаточно сложными устройствами и не позволяют производить в них осаждение покрытий. Совмещение стационарной и импульсной нагрузок является ещё более сложной задачей и реализовано только в установке Magnum-PSI, в которой реализован режим резкого импульсного увеличения мощности плазменного разряда. В текущем состоянии данной установки стационарный режим испытания возможен продолжительностью не более 100 с, в то время как в ИТЭР планируется длительность разряда до 1000 с.

Особенности режима облучения тестируемых образцов на существующих установках, невозможность нанесения покрытия и его тестирования в одной установке, а также технические и организационные сложности проведения больших циклов экспериментов на этих установках явились основанием для принятия решения о создании специализированной простой и удобной в эксплуатации установки для осаждения покрытий и проведения длительных циклов исследований и испытаний материалов и покрытий при облучениях большой плотности мощности как в стационарном, так и в импульсном режимах.

Изготовленная с этой целью установка представлена в настоящей статье. Установка допускает осаждение покрытий в условиях, воспроизводящих условия дивертора ИТЭР (т.е. покрытие формируется потоком атомов бора и углерода на поверхность), а также позволяет изучать поведение осаждённых покрытий и материалов, работающих в энергонапряжённых условиях термоядерных установок и в установках других типов при облучении стационарными и импульсными потоками ионов, электронов и теплового излучения плотностью мощности до 40 МВт/см².

ТРЕБОВАНИЯ К КОНСТРУКЦИИ И ОСНОВНЫМ ПАРАМЕТРАМ УСТАНОВКИ

Для обеспечения возможности исследования и оптимизации режимов осаждения покрытия карбида бора установка должна допускать возможность оперативного изменения целого ряда параметров: скорости формирования покрытия, состава осаждающегося потока, температуры подложки, состава остаточного и рабочего газов и др. Таким требованиям удовлетворяет установка, в которой покрытие формируется из атомов бора и углерода, распыляемых с поверхностей борной и графитовой мишеней независимо управляемыми потоками ионов плазмы. В этой схеме напылительного устройства плотностью распыляющих потоков ионов можно управлять, меняя интенсивность разряда, из которого вытягиваются ионы, и условия формирования потоков ионов на мишени. Такая установка может быть легко переконфигурирована для проведения испытаний материалов при высоких корпускулярных и тепловых нагрузках. С этой целью испытываемые материалы и покрытия устанавливаются на позицию борной и графитовой мишеней.

Основные параметры установки диктовались необходимостью обеспечить скорости осаждения и толщины получаемых покрытий, соответствующие требованиям, предъявляемым к покрытиям на тайлах дивертора ИТЭР. Для формирования зёрен карбида бора толщина покрытия должна быть более 2—3 мкм. Толщина покрытия не должна превышать 30—50 мкм, чтобы не допускать его нагрева при стационарном режиме ИТЭР выше 1300—1400 °С, когда начинается рост его скорости распыления. Таким

образом, диапазон толщин покрытий, получаемых в установке, должен составлять 2—50 мкм. Скорость осаждения покрытия должна достигать 30 мкм/ч. В таком случае время, необходимое для напыления покрытия, будет существенно меньше времени его эрозии. Для тестирования материалов и покрытий в условиях плазменного и термического воздействий предполагается реализация в установке режима импульсного облучения в диапазоне частот до 500 Гц при наполнении циклов от 1 до 99%. Признано, что для выполнения своих функций установка должна иметь автоматизированное управление, обеспечивать сверхвысоковакуумные условия экспериментирования и условия для максимально быстрого выполнения вспомогательных и регламентных работ.

ОСНОВНЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ УСТАНОВКИ

Рис. 1. Экспериментальный высоковакуумный стенд осаждения покрытий и стойки с блоками питания и элементами системы автоматического управления

Общий вид установки представлен на рис. 1, схема основных узлов вакуумной камеры — на рис. 2. Вакуумная камера является центральным элементом установки, в ней располагаются плазменная камера, система формирования потока ионов и электронов, вытягиваемых из плазмы на мишени, углеродная и борная мишени, устройство позиционирования мишеней и тестируемых образцов и другие элементы конструкции.

Вакуумная камера откачивается турбомолекулярным насосом. После прогрева камеры давление остаточного газа в ней составляет $2 \cdot 10^{-6}$ Па. Основными компонентами остаточного газа являются $H_2O = 75\%$ и $H_2 = 25\%$ ($O_2 + N_2 + CO_2 \ll 1\%$). Такая подготовка вакуумной камеры обеспечивает содержание примесей в напыляемых покрытиях не выше 0,1% ат.

Рис. 2. Схема установки: 1 — вакуумная камера; 2 — плазменная камера; 3 — катоды; 4, 5 — аноды; 6, 7 — борная и углеродная мишени соответственно; 8 — магнито-разрядный насос; 9 — подвижные вводы, потенциалы мишеней; 10 — подложка; 11 — турбомолекулярный насос; 12 — форвакуумный насос; 13 — клапан подачи газа в систему анализа; 14 — камера масс-спектрометра; 15 — масс-спектрометр; 16 — подвижный ввод образца; 17 — шибер шлюзовой камеры; 18 — шлюзовая камера; 19 — уплотнение ввода образца; 20 — линейный привод; 21 — ввод образца; 22 — подача охлаждающей подложку воды; 23 — на-текатель; 24 — баллон с рабочим газом

К вакуумной камере подсоединён масс-спектрометрический блок, который состоит из квадрупольного масс-спектрометра и системы откачки. Масс-спектрометрический блок позволяет измерять состав остаточного газа. Кроме того, благодаря наличию двух вакуумных каналов разной проводимости, соединяющих масс-спектрометрический блок и вакуумную камеру установки, измеряется состав рабочего газа во время напыления покрытий и тестирования материалов и покрытий.

Напыляемый образец (подложка) устанавливается на подвижном вводе 16 и вводится в вакуумную камеру 1 через шлюзовую камеру 18. Это позволяет менять подложки без напуска атмосферы в вакуумную камеру установки. Движение подвижного ввода обеспечивает моторизованный линейный привод 20, при помощи которого автоматизируются и упрощаются процедуры извлечения и введения подложек в вакуумную камеру и минимизируется время, затрачиваемое на их смену. Точность позиционирования привода не хуже 50 мкм. Таким образом, возможно точное позиционирование подложки в точку, в которой плотности потоков распылённых атомов мишеней максимальны.

Напыляемый образец закрепляется в специальном держателе на полированном медном оконечнике подвижного ввода. Внутри подвижного ввода циркулирует проточная вода, охлаждающая медный оконечник и напыляемый образец. Элементы крепления выполнены таким образом, что при одном и том же режиме напыления возможно изменение температуры подложки в диапазоне от 300 до 900 °С благодаря размещению специальных прокладок между охлаждаемым оконечником и подложкой. Контроль температуры напыляемой подложки выполняется оптически при помощи пирометра.

Элементы системы напуска рабочего газа так же, как элементы вакуумной системы установки, соединяются металлическими уплотнениями, что исключает загрязнение рабочего газа примесями из атмосферы. Регулятор расхода газа управляется компьютером в автоматическом режиме.

Все вакуумные клапаны, блоки питания, контрольно-измерительные приборы установки управляются по компьютерным программам, что позволяет автоматизировать её работу, а также проводить эксперименты по предварительно подготовленным программам, что существенно упрощает труд оператора, уменьшает время проведения экспериментов, повышает точность соблюдения их параметров и повторяемость результатов.

РЕЖИМЫ РАБОТЫ УСТАНОВКИ

Напыление покрытий. Процесс напыления покрытия начинается с напуска рабочего газа в плазменную камеру и зажигания разряда между накалимым вольфрамовым катодом и анодом. На борную и графитовую мишени подаётся отрицательное относительно анода напряжение. Ионы плазмы начинают распылять поверхность мишеней, и распыляемые атомы осаждаются на поверхность подложки, формируя покрытие карбида бора. При необходимости до начала распыления мишеней проводится ионная бомбардировка подложки. Такая предварительная обработка её поверхности способствует улучшению адгезии осаждающегося слоя.

Основным рабочим газом газового разряда является аргон, что обеспечивает значительную скорость распыления поверхности мишеней и соответствующую скорость напыления. Для исследования и измерения захвата водорода в осаждаемое покрытие предусмотрена возможность использования смеси аргона и водорода для зажигания газового разряда.

Компьютерное управление блоком питания разряда позволяет менять ток разряда в широких пределах, что даёт возможность варьировать потоки ионов на мишени без изменения их потенциалов. Блок питания способен обеспечить ток разряда до 20 А при напряжении между катодом и анодом до 200 В.

Борная мишень представляет собой пластину, выполненную в виде усечённого конуса, расположенного в графитовом держателе той же конфигурации. Углеродная мишень изготовлена в виде графитового кольца, охватывающего борную мишень. Такие формы мишеней и их взаимное расположение представляют значительное удобство в регулировании отношений ионных потоков на каждую из мишеней и, соответственно, отношений компонентов в напыляемом покрытии. Другими факторами, определяющими скорость напыления покрытия и соотношение концентраций атомов бора и углерода в покрытии, являются величины потенциалов, поданных на соответствующие мишени, величины ионных токов, распыляющих поверхность мишеней, взаимное положение напыляемой подложки и мишеней.

Энергопитание мишеней осуществляет высоковольтный блок, имеющий два полностью независимых канала различной мощности (3100 и 900 Вт), которые используются, соответственно, для подачи потенциалов на борную и углеродную мишени. Величина потенциалов на мишенях (и на тестируемых образцах) может быть доведена до 25 кэВ и поддерживаться с точностью не хуже 0,1% благодаря наличию обратной связи и сверхбыстрого программного обеспечения, осуществляющего подстройку выходного напряжения каждые 1 мс. Ток распыляющих ионов может достигать 200 мА. Компьютерное управ-

ление блоком питания мишеней позволяет осуществлять управление потоками ионов по заранее заданной программе и в автоматическом режиме выполнять процесс напыления, включая предварительную обработку поверхности подложки, напыление покрытия в широком диапазоне скоростей осаждения покрытий и соотношений компонентов, в том числе напыление покрытий переменного состава.

Исследование поведения материалов и покрытий под воздействием тепловых потоков и потоков ионов и электронов большой плотности мощности (тестирование материалов и покрытий). Для исследования поведения материалов и покрытий при термическом и корпускулярном воздействиях исследуемые образцы крепятся на специальном держателе, устанавливаются в положение, занимаемое мишенями при напылении покрытий, и облучаются ионным или электронным потоком. Для проведения термических и термоциклических испытаний покрытий облучению ионами или электронами подвергается обратная сторона образцов.

Облучение ионами обеспечивает максимальное энерговыделение в приповерхностном слое образца. Кроме того, появляется возможность проследить влияние ионного облучения и внедрения на поведение материалов и покрытий при термоциклировании. Используя различные газы, можно в широких пределах менять степень распыления облучаемой поверхности в процессе тестирования.

Облучение электронами приводит к расширению приповерхностной зоны энерговыделения до величины среднего размера кристаллических зёрен материалов. Вместе с тем исключается распыление поверхности и резко уменьшается радиационно-стимулированное дефектообразование в зоне энерговыделения.

При тестировании материалов возможно параллельное соединение двух каналов высоковольтного блока, что позволяет получить до 4 кВт мощности в стационарном и импульсном режиме облучения. Размеры исследуемых образцов ограничены кругом площадью 104 мм². Подбором условий бомбардировки мишеней удаётся проводить практически равномерное по интенсивности облучение круговых участков различной площади от образцов максимальных размеров до участков размером ~100 мм². В последнем случае при полной мощности облучения 4 кВт плотность мощности облучения достигает 40 МВт/м². Температура образцов в процессе испытаний может регулироваться в диапазоне 300—2500 °С. Возможно также облучение кольцевых участков поверхности образцов. Блок управления позволяет проведение испытаний с программируемым изменением мощности облучения и формы пучка. Циклические облучения возможны с длительностью импульса от 1 мс и любым заполнением.

РЕЗУЛЬТАТЫ ТЕСТОВЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В рамках программы тестирования установки проводилось напыление покрытий карбида бора и вольфрама на вольфрамовые образцы и выполнены термоциклические испытания осаждённых покрытий.

Напыление бора и углерода на вольфрамовые образцы. Осаждение покрытий проводилось на подложки при температуре 700 °С. Подбором параметров облучения были получены покрытия карбида бора с соотношением В/С ≈ 4. Анализ концентраций компонентов в покрытии и контроль целостности покрытия после термоциклирования проводились в электронном микроскопе TESCAN, имеющем приставку для выполнения элементного анализа методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (EDS). Фотография одного из образцов с покрытием и его электронно-микроскопическое изображение показаны на рис. 3. Результат EDS-анализа образца, полученного в одном из экспериментов, приведён в таблице. Наличие в покрытии магния, хлора и большей части кислорода связано с чистотой используемого в экспериментах бора.

Рис. 3. Фотография (а) и электронно-микроскопическое изображение (б) покрытия карбида бора на вольфраме, полученное на подложке размером 15×15×1 мм при температуре подложки 700 °С

Состав покрытия карбида бора, измеренный методом EDS

Элемент	В	С	О	Mg	Cl	Всего
% ат.	79,54	19,74	0,70	0,02	0,01	100,00

Термическое циклирование покрытий карбида бора. Термоциклированию подвергались покрытия толщиной 5 мкм на вольфрамовой подложке. Рабочим газом плазмы в процессе напыления являлся аргон. Покрытие осаждалось на подложку, находящуюся при температуре 800 °С.

Термоциклирование проводилось в диапазоне температур 400—1150 °С. Каждый цикл состоял из нагрева в течение 8—10 с и остывания в течение 30—40 с. Всего было проведено 60 циклов. Вес образца после термоциклирования не изменился в пределах ошибки измерений (± 50 мкг). EDS-анализ показал, что состав покрытия остался прежним. Микроскопическое исследование поверхности не обнаружило развитие на поверхности трещин, каверн или других изменений рельефа. Нарушений адгезии, отшелушивания покрытия и т.п. также не обнаружено.

Термическое циклирование вольфрамового слоя, напылённого на вольфрам. Исследовалось покрытие толщиной 200 нм, нанесённое на вольфрамовую подложку. Покрытие образовывалось атомами вольфрама, распылёнными ионами аргоновой плазмы с вольфрамовой мишени. И подложка, и распыляемая вольфрамовая мишень представляли собой пластины вольфрама, используемого для изготовления дивертора ИТЭР. Вольфрамовая подложка отжигалась в вакууме в течение 1,5 ч при температуре 1500 °С, а непосредственно перед нанесением покрытия обезгаживалась при температуре 1150 °С. Поверхность подложки перед нанесением покрытия облучалась ионами аргона с целью распыления слоя поверхностных окислов. Температура подложки во время осаждения покрытия составляла 200 °С. Электронно-микроскопическое изображение поверхности покрытия выявило существование на его поверхности отдельных областей с характерным размером 30 мкм.

Термоциклирование проводилось в диапазоне температуры 300—1200 °С. Всего было проведено 300 циклов. Каждый цикл включал прогрев в течение 10 с и остывание за 40 с. Периодически проводились электронно-микроскопические исследования покрытия. Уже через 5—10 циклов прогрева между областями покрытия появились трещины толщиной 0,1—0,3 мкм, на их поверхности были видны блистеры, развивающиеся, как показали дальнейшие наблюдения, на границе между подложкой и напылённым слоем. Блистеры размером 2—3 мкм (малые блистеры) формировались практически вплотную друг к другу. Большие блистеры имели размер 5—7 мкм (рис. 4). Расстояния между ними составляли примерно 5—7 мкм. Крышки некоторых из блистеров оказывались сломанными (рис. 5). Через 15—20 циклов большая часть пограничных трещин не была заметна и сами границы между отдельными областями уже не различались. На поверхности покрытия были видны бесформенные большие блистеры, в которые объединилась большая часть соседних малых блистеров. Их размеры могли варьироваться от 5 до 12 мкм. В то же время размеры ранее образовавшихся больших блистеров заметным образом не изменялись. На следующем этапе модификации (20—30 циклов) покрытия крышки обоих типов больших блистеров опустились, и началось разрушение их крышек, продолжающееся вплоть до окончания испытаний (рис. 6).

Рис. 4. Малые и большие блистеры на поверхности слоя вольфрама, напылённого на вольфрам (5—10 термоциклов)

Рис. 5. Блистер со сломанной крышкой

Рис. 6. Блистеры с опустившимися крышками и разрушенный блистер (25—30 термоциклов)

Согласно теории блистерообразования Мартыненко [16], которая является обобщением большого числа экспериментальных данных, блистеры развиваются при появлении латеральных напряжений различной природы в приповерхностном слое. Причинами возникновения латеральных напряжений могут являться накопление газа, различие коэффициентов линейного расширения подложки и напылённых слоёв, а также их рекристаллизация. Как было указано раньше, процедура подготовки подложек вольф-

рама для напыления включала в себя их отжиг и обезгаживание, поэтому было сделано заключение о том, что напряжения в покрытии развивались в процессе его кристаллизации во время термоциклирования. Поверхностные напряжения, а также силы поверхностного натяжения могли определять и дальнейшую модификацию блистеров, и разрушение их крышек. Результатом этих процессов являлось разрушение покрытия. По результатам термоциклирования можно заключить, что слои вольфрама, перенапыляющиеся при его распылении в термоядерных установках, будут разрушаться при последующих циклах, если условия будут соответствовать описанным.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создана простая и удобная в эксплуатации автоматизированная установка, позволяющая исследовать закономерности формирования и разрабатывать режимы напыления одно- и двухкомпонентных покрытий, а также проводить исследование поведения материалов и покрытий при термоциклировании и облучении потоками ионов и электронов большой плотности мощности.

Напыление покрытий в установке проводится за счёт осаждения атомов, распылённых ионами плазмы с соответствующих мишеней. Система управления установкой позволяет в автоматическом режиме выполнять предварительную обработку поверхности подложки для улучшения адгезии покрытия (распыление поверхностного слоя, развитие рельефа, создание переходного слоя), напылять покрытия со скоростью до нескольких десятков микрон в час и с любым соотношением компонентов, в том числе покрытия переменного состава.

Тестирование материалов и покрытий проводится облучением потоками ионов и электронов мощностью до 4 кВт в стационарном и импульсном режимах. Размеры образцов ограничены диаметром 100 мм. Достигается формирование ионного и электронного потока плотностью мощности $\sim 40 \text{ МВт/м}^2$ в область около 100 мм^2 . Возможно проведение испытаний с программируемым изменением мощности облучения и формы пучка, а также выполнение циклических облучений с длительностью импульса от 1 мс и любым заполнением.

В рамках программы тестирования установки проводилось напыление покрытий карбида бора и вольфрама на вольфрамовые образцы и выполнены термоциклические испытания осаждённых покрытий.

Покрытие карбида бора толщиной 5 мкм на вольфрамовой подложке подвергалось термоциклированию в диапазоне температуры 400—1150 °С. Каждый цикл состоял из нагрева в течение 3 с и остывания в течение 30 с. Всего было проведено 200 циклов. Вес образца и состав покрытия после термоциклирования не изменились. Микроскопическое исследование поверхности не выявило развития на поверхности трещин, каверн или других изменений рельефа. Нарушений адгезии, отшелушивания покрытия также не обнаружено.

Слой вольфрама толщиной 200 нм, нанесённый на вольфрамовую подложку, термоциклировался в диапазоне температуры 300—1200 °С. Всего было проведено 30 циклов. Каждый цикл включал прогрев в течение 10 с и остывание за 40 с. Обнаружено формирование между осаждённым слоем и вольфрамовой подложкой блистеров, расположенных вплотную друг к другу. Их последующее развитие, в конечном итоге, привело к отделению большей части осаждённого слоя от подложки. Сделан вывод о том, что покрытие отделялось от подложки, главным образом, в результате напряжений, возникающих в покрытии при его кристаллизации во время термоциклирования.

REFERENCES

1. **Krieger K., Geier A., Gong X., Maier H., Neu R., Rohde V.** ASDEX upgrade team, erosion and migration of tungsten employed at the main chamber first wall of ASDEX upgrade. — *J. Nucl. Mater.*, 2003, vol. 313—316, pp. 327—332.
2. **Buzi L., de Temmerman G., Unterberg B., Reinhart M., Litnovsky A., Philipps V., van Oost G., Möller S.** Influence of particle flux density and temperature on surface modifications of tungsten and deuterium retention. — *J. Nucl. Mater.*, 2014, vol. 455, pp. 316—319.

3. **Krashennnikov S.I., Smirnov R.D., Rudakov D.L.** Dust in magnetic fusion devices. — *Plasma Phys. Control. Fusion*, 2011, vol. 53, № 8, p. 083001.
4. **Shu 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. Nucl. Mater.*, 2009, vol. 390—391, pp. 1017—1021.
5. **Maier H., Greuner H., Balden M., Böswirth B., Lindig S., Linsmeier C.** Erosion behavior of actively cooled tungsten under H/He high heat flux load. — *J. Nucl. Mater.*, 2013, vol. 438, pp. S921—S924.
6. **Begrambekov L.B., Buzhinskiy O.I.** Boron carbide properties and application as armour on tokamak first wall. — *VANT. Ser. Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion)*, 2006, issue 4, p. 14 (in Russian).
7. **Buzhinskiy O.I., Otroschenko V.G., Whyte D.G. et al.** — *J. Nucl. Mater.*, 2003, vol. 313—316, p. 214.
8. **Roth J., Tsitrone E., Loarer T., Philipps V., Brezinsek S., Loarte A., Counsell G.F., Doerner R.P., Schmid K., Ogorodnikova O.V., Causey R.** Tritium inventory in ITER plasma-facing materials and tritium removal procedures. — *Plasma Phys. Control. Fusion*, 2008, vol. 50, № 10, p. 103001.
9. **Begrambekov L., Buzhinsky O., Gordeev A., Miljaeva E., Leikin P., Shigin P.** TDS investigation of hydrogen retention in graphites and carbon based materials. — *Physica Scripta*, 2004, vol. T108, pp.72—76.
10. **Klimov N., Podkovyrov V., Zhitlukhin A., Kovalenko D., Bazylev B., Janeschitz G., Landman I., Pestchanyi S., Federici G., Loarte A., Merola M., Linke J., Hirai T., Compan J.** Experimental study of PFCs erosion under ITER-like transient loads at plasma gun facility QSPA. — *J. Nucl. Mater.*, 2009, vol. 390—391, pp. 721—726.
11. **Garkusha I.E., Bazylev B.N., Bandura A.N., Byrka O.V., Chebotarev V.V., Landman I.S., Kulik N.V., Makhraj V.A., Petrov Yu.V., Solyakov D.G., Tereshin V.I.** Tungsten melt layer erosion due to J×B force under conditions relevant to ITER ELMs. — *J. of Nucl. Mater.*, 2007, vol. 363—365, pp. 1021—1025.
12. **Majerus P., Duwe R., Hirai T., Kuhnlein W., Linke J., Rodig M.** The new electron beam test facility JUDITH II for high heatflux experiments on plasma facing components. — *Fusion Engineering and Design*, 2005, vol. 75—79, pp. 365—369.
13. **De Temmerman G., van den Berg M.A., Scholten J., Lof A., van der Meiden H.J., van Eck H.J.N., Morgan T.W., de Kruijf T.M., van Emmichoven P.A.Z., Zielinski J.J.** High heat flux capabilities of the Magnum-PSI linear plasma device. — *Fusion Engineering and Design*, 2013, vol. 88, pp. 483—487.
14. **Nicolai D., Chaumet P., Neubauer O., Uhlemann R.** New options for material testing at the material ion beam test facility MARION. — *Fusion Engineering and Design*, 2013, vol. 88, pp. 2506—2509.
15. **Goebel D.M., Campbell G., Conn R.W.** Plasma surface interaction experimental facility (PISCES) for materials and edge physics studies. — *J. Nucl. Mater.*, 1984, vol. 121, pp. 277—282.
16. **Martynenko Yu.V.** The theory of blister effect. — *Radiation effects*, 1979, vol. 45, pp. 93—102.

AUTHORS

Azizov E.A. State Research Center of Russian Federation Troitsk Institute for Innovation & Fusion Research, ul. Pushkovykh 12, 142190 Troitsk, Moscow, Russia; Azizov_EA@nrcki.ru

Ayrapetov A.A. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Begrambekov L.B. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

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

Vergazov S.V. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Grunin A.V. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Gordeev A.A. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Zakharov A.M. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Kalachev A.M. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Mazul I.V. Joint Stock Company “D.V. Efremov Scientific Research Institute of Electrophysical Apparatus”, pos. Metallostroy, Doroga na Metallostroy 3, 196641 St. Petersburg, Russia;

Rakhmanov R.A. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Sadovskiy Ya.A. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Shigin P.A. National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye shosse 31, Moscow, 115409, Moscow, Russia;

Received 22 October 2014

Problems of Atomic Science and Technology

Ser. Thermonuclear Fusion, 2014, vol. 37, issue 4, pp. 30—38