

МЕТОДОЛОГИЯ ФОРМИРОВАНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ СТРУКТУР ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКОГО БЛАНКЕТА ТЕРМОЯДЕРНОГО РЕАКТОРА

© 2012 г. И. В. Витковский, А. Н. Конев, С. А. Леонов*, В. М. Хороших*, В. С. Шоркин**

Научно-исследовательский институт электрофизической аппаратуры им. Д. В. Ефремова
Россия, 196641, Санкт-Петербург, пос. Металлострой, дорога на Металлострой, 3
E-mail: vitkoviv@sintez.niiefa.spb.su

*Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт",
Украина, Харьков

** ВПО "Государственный университет – УНПК", Россия, Орел
Поступила в редакцию 14.09.2011 г.
После доработки 27.10.2011 г.

Рассмотрены требования, предъявляемые к многослойной структуре стенки проточного тракта литиевого бланкета термоядерного реактора. Обоснован выбор конструкции многослойной стенки проточного тракта бланкета. Обсуждаются теоретические и технологические аспекты адгезионного контакта и диффузионной сварки металлокерамической структуры. Приведены экспериментальные результаты, полученные в процессе формирования и изучения свойств макетных образцов многослойной стенки.

1. ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных задач, возникающих при создании самоохлаждаемого литиевого (Li) жидкокометаллического бланкета термоядерного реактора, является разработка электроизоляционных барьеров на границе Li -конструкционный материал. Назначение этих барьеров – увеличение сопротивления токам, индуцированным в жидком металле и создающим магнитогидродинамические силы, препятствующие его движению [1].

Несмотря на усилия специалистов по разработке способов уменьшения сил, тормозящих движение теплоносителя в самоохлаждаемых жидкокометаллических бланкетах, пока еще нет решения, удовлетворяющего всем требованиям, предъявляемым к электроизоляционным барьерам. Как известно [2, 3], использование самовосстанавливающихся покрытий и керамических изоляторов не позволяет решить данную проблему ввиду пористости структур и наличия технологических окислов в керамике. Проведенные в НИИЭФА им. Д. В. Ефремова исследования показали, что основным требованиям, предъявляемым к электроизоляционным барьерам, в наибольшей степени отвечают предложенные в работе [1] многослойные металлокерамические барьеры. Такой барьер получают методами вакуумно-дугового осаждения покрытий с использованием ионной бомбардировки конденсата [4] и диффузионной сварки или электронно-лучевой модификацией металлической поверхности, и он представляет собой в об-

щем случае композит из чередующихся слоев металла и изолятора. При этом слои металла, полученные методом вакуумно-дугового осаждения покрытий, расположены между изолятором и стенками проточного тракта (канала) бланкета и служат для улучшения адгезионного контакта между изолятором и этими стенками. Контактирующая с литием внутренняя стенка предназначена для защиты изоляционного слоя от проникновения в его поры жидкого металла. Стенка формируется либо из тонкостенной гильзы, соединенной с изолятором методом диффузионной сварки, либо из осажденного металлического слоя, модифицированного пучком электронов сильно-теского ускорителя [5].

В данной работе представлены некоторые результаты решения научно-технологических проблем разработки и создания конструкции стенки проточной части жидкокометаллического бланкета.

2. ВЫБОР КОНСТРУКЦИИ И МАТЕРИАЛОВ МНОГОСЛОЙНОЙ СТРУКТУРЫ

Первоочередным этапом разработки конструкции электроизоляционного барьера проточной части канала жидкокометаллического бланкета является проектирование его оптимальной структуры. Под оптимальной понимают структуру, обеспечивающую высокие характеристики, такие как электрическое сопротивление для токов, индуцированных в жидком металле; терморадиационную и коррозионную стойкость материалов с ресур-

сом работы в жидким литии ~30–40 лет при рабочих температурах 400–700°C и плотности нейтронного потока до 2.7–4.4 МВт/м² [2]; высокую теплопроводность. Кроме того, для оптимизации структуры важно отсутствие в применяемых материалах элементов, образующих при радиационном воздействии “долгоживущие” радионуклиды (с периодом полураспада свыше нескольких сотен лет), а также возможность изготовления проточной части бланкета на базе существующих технологий.

Заметим, что, несмотря на немногочисленность возможных вариантов композиций из подходящих материалов для многослойной структуры стенок канала бланкета, эти варианты практически не исследовались с точки зрения формирования оптимального варианта многослойного электроизоляционного барьера.

Одной из причин, породивших такую ситуацию, являлось отсутствие до недавних пор как методик расчета адгезионных характеристик и диффузионной сварки, так и технологии реализации процессов осаждения покрытий и сварки в подобных конструкциях.

Методика оценки адгезионного взаимодействия по известным значениям энергии адгезии однокомпонентных и многокомпонентных конструкционных материалов разработана авторами и представлена в работах [6, 7]. С учетом функционального назначения каждого слоя и оптимального сочетания материалов слоев электроизоляционного барьера в качестве диэлектрического слоя был выбран нитрид алюминия (AlN) как наиболее перспективный материал [8]. Этот материал обладает высокими стойкостью в литии, теплопроводностью и удельным электрическим сопротивлением, экологической безопасностью. Кроме того, доступна технология его изготовления.

В качестве основного конструкционного материала бланкета и материала слоя, контактирующего с литием, выбран сплав ванадий–хром–титан V–Cr–Ti [8], обеспечивающий необходимые терморадиационные и прочностные характеристики, а также высокую коррозионную стойкость в течение всего ресурса работы в жидком литии. Состав данного сплава окончательно не определен, однако предварительные исследования позволяют прогнозировать содержание хрома и титана в нем на уровне 4–5%. В дополнение отметим, что при толщинах, не превышающих сотен микрон, этот материал обеспечивает требуемый ресурс и вполне приемлемые значения сопротивления токам, индуцированным в жидком металле. Однако существенным недостатком сплава V–Cr–Ti является его низкое сродство (адгезионная связь) со многими материалами, в частности с AlN [9]. Для улучшения адгезионного контакта между сплавом V–Cr–Ti и AlN было предложено использовать подслой из хрома. Несмотря на то что этот

материал по сравнению, например, с молибденом обладает меньшей энергией адгезии к ванадиевым сплавам и нитриду алюминия, он, во-первых, имеет более высокую прочность и, во-вторых, при облучении нейtronами не является источником долгоживущих изотопов. Кроме того, его можно наносить гальванически по отработанным заводским процессам, что может быть весьма важным обстоятельством при изготовлении конструкций с полостями, труднодоступными для нанесения покрытий методом вакуумно-дугового осаждения.

3. МЕТОДИКА ПОЛУЧЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ

Следующей задачей, возникающей при создании электроизоляционного барьера, является выбор и отработка способа формирования многослойной структуры.

Анализ проведенных ранее исследований [5] показал, что для получения покрытий из нитрида алюминия, хрома и композиции ванадий–хром–титан наиболее приемлемым является способ конденсации вещества из плазменного потока, генерируемого дугой низкого давления (вакуумной дугой), в условиях ионной бомбардировки конденсата.

Такой способ позволяет проводить обработку поверхностей высокоэнергетичными ионами, экстрагируемыми из плазмы, при подаче на изделие высокого (1–3 кВ) отрицательного потенциала. Это обеспечивает эффективную очистку поверхности слоя изделия от загрязнения и примесей и высокие адгезионные свойства покрытий.

Основным недостатком, ограничивающим область применения вакуумно-дуговых эрозионных источников плазмы, является присутствие в плазменном потоке макрочастиц – капель и твердых осколков материала катода. Для их удаления нами разработан технологический процесс получения покрытий при повышенных (более 1 Па) давлениях рабочего газа.

Эксперименты по формированию покрытий проводились на ионно-плазменной установке с двумя электродуговыми источниками плазмы. Процесс нанесения многослойных покрытий на поверхность сплава V–4Cr–4Ti включал следующие стадии:

- ионная очистка поверхности сплава V–4Cr–4Ti;
- нанесение слоя чистого хрома;
- нанесение слоя нитрида алюминия;
- нанесение второго слоя хрома.

Экспериментально установлено, что наиболее эффективна очистка поверхности сплава V–4Cr–4Ti ионами хрома в течение 30–120 с при потен-

циале подложки -1000 В и токе дугового разряда $80\text{--}120$ А.

Для выбора режима получения диэлектрической пленки нитрида алюминия исследовалось влияние давления азота на скорость осаждения потока алюминиевой плазмы в диапазоне давлений $0.2\text{--}8$ Па. Зависимости скорости конденсации алюминия, осаждаемого на дисковые подложки в присутствии азота, представлены на рис. 1. Измерения проводились при плавающем потенциале образцов.

Из полученных данных следует, что при изменении давления азота в интервале $\sim 0\text{--}2$ Па наблюдается рост скорости осаждения пленки. Отмеченная закономерность при повышенном давлении азота отмечалась ранее и для титана [10, 11]. При этом максимум скорости осаждения соответствует давлению ~ 6.6 Па. Давление, соответствующее максимальной скорости осаждения покрытий, в дальнейшем было принято "рабочим" при получении электроизоляционного слоя из нитрида алюминия.

Учитывая, что режимы формирования многослойной структуры существенным образом влияют на качество изделия, перечислим их.

Очистка поверхности образца осуществлялась ионами Сг: ток дугового разряда $I = 80$ А, потенциал на образце $U_s = 1000$ В; давление $P \leq 9.33$ мПа, время $t = 20$ с. Затем на образце устанавливался потенциал $U = 50$ В. Длительность этого режима составляла 1 мин.

Слой нитрида алюминия формировался в течение 1 ч при токе дуги $I_{\text{Al}} = 100$ А, плавающем потенциале на образце и давлении азота $P = 3.33$ мПа. Вслед за ним формировали слой хрома в течение 1 мин при токе дуги $I_{\text{Cr}} = 80$ А, $P_{\text{Cr}} = 5.33\text{--}9.33$ мПа (толщина ~ 2 мкм).

4. ПАРАМЕТРЫ ДИФФУЗИОННОЙ СВАРКИ

Процесс диффузионной сварки включает следующие основные этапы:

- подготовка поверхностей свариваемых деталей (при изготовлении макетов, моделей или жидкотекущего проточного тракта бланкета нами предлагается ионная очистка и вакуумно-дуговое осаждение слоев, улучшающих адгезию в многослойной структуре);

- нагрев с одновременным сжатием (диффузионный процесс) свариваемых элементов и последующее охлаждение, контроль и эксплуатация готового изделия.

Для реализации этапа диффузионного процесса необходимо определить следующие параметры: температуру T_c , давление P_c , длительность τ_c сварки и толщину контактирующих слоев. Для расчетов этих параметров использовали, как правило, следующие данные:

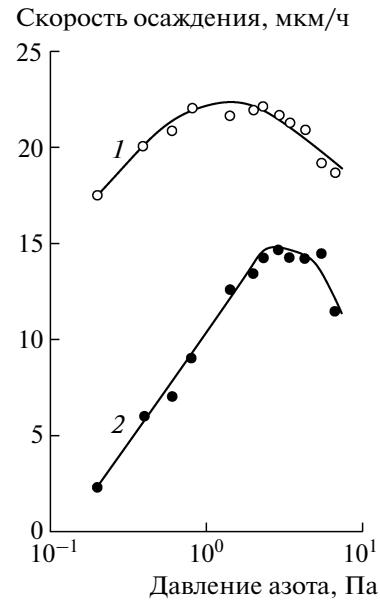


Рис. 1. Зависимость скорости осаждения пленки AlN от давления азота для лицевой (1) и обратной (2) поверхности диска.

- напряжение, приложенное к электроизоляционному слою, $U_c = 0.05\text{--}0.15$ В;
- рабочая температура элементов проточного тракта бланкета $T_p = 400\text{--}700^\circ\text{C}$;
- требуемый ресурс работы $\tau_p = (25\text{--}30) \cdot 10^5$ ч;
- электрическая прочность при рабочей температуре материала электроизоляционного слоя ≥ 1.5 кВ/мм.

Максимальная температура процесса $T_{c\max}$ не должна превышать значения, при котором возникают структурные изменения в конструкционных материалах. Для сплава V—Cr—Ti она составляет ориентировочно 1200°C .

Минимальная температура процесса $T_{c\min}$ соответствует максимальной температуре технологического оборудования (вакуумных печей или газостатов) и, как правило, это $950\text{--}1200^\circ\text{C}$.

В первом приближении давление определяется наибольшим значением предела текучести σ_t участвующих в процессе металлических материалов при выбранной температуре T_c . Длительность диффузионного процесса определяется временем, необходимым для диффузии материалов, которые улучшают адгезию в матрицы материалов контактирующих слоев на заданную глубину Δ .

Таким образом, время, необходимое для диффузионной сварки, можно определить из уравнения диффузии [12]:

$$\tau_c = S^2/D.$$

Здесь $D = D_0 \exp(-U_0/(RT))$, где R — универсальная газовая постоянная; D_0 , U_0 — коэффициент

Экспериментальные значения коэффициентов диффузии и энергии активации

№	Пары материалов	D_0 , м ² /с	U_0 , кДж/моль
1	Mo-AlN	$14.28 \cdot 10^{-14}$	129
2	Mo-(V-4Cr-4Ti)	$4.56 \cdot 10^{-7}$	287
3	Cr-AlN	$15.96 \cdot 10^{-14}$	126
4	Cr-(V-4Cr-4Ti)	$1.47 \cdot 10^{-7}$	265

диффузии и энергия активации соответственно; $S = \Delta_d / 3$ – среднеквадратичное отклонение [13] распространения диффундирующих частиц за время τ_c с вероятностью 0.9972.

Толщина улучшающего адгезию слоя материала должна соответствовать глубине его диффузии в изолятор. Толщина изоляционного слоя Δ_i выбирается из условия обеспечения достаточной электрической прочности в конце ресурса работы.

Минимальная толщина изоляционного слоя определяется как

$$\Delta_{i \min} = \frac{E k_c k_z}{U_c} + 2\Delta'_d k_{zd},$$

где k_c – коэффициент, учитывающий старение изоляции в условиях терморадиационного воздействия; k_z – коэффициент запаса по электрической прочности; k_{zd} – диффузионный коэффициент запаса; $\Delta'_d = 3\sqrt{D' \tau_p}$ – глубина диффузии улучшаю-

щего адгезию материала в матрицу изолятора, $D' = D_0 \exp\left(-\frac{U_0}{RT_p}\right)$.

Исходя из упомянутых выше величин рабочей температуры $T_p = 450^\circ\text{C}$ и ресурса работы реактора, рассчитаны глубина диффузии хрома в нитрид алюминия $\Delta'_d = 1.8$ мкм и минимальная толщина изоляционного слоя $\Delta'_i = 25$ мкм. Значения коэффициентов диффузии D_0 и энергии активации U_0 для возможных пар материалов (см. таблицу) получены экспериментально.

На основании изложенного выше в качестве возможного варианта предложено использовать следующие параметры диффузионной сварки:

- температура 950°C ;
- давление 30 ± 5 МПа;
- выдержка в печи или газостате при температуре 950°C в течение ≥ 8 ч.

Образцы, изготовленные при отработке технологии осаждения металлокерамических слоев, в дальнейшем использовались для проверки расчетных параметров диффузионной сварки. Измерения показали, что удельное электросопротивление изоляционного слоя этих образцов составляет $\sim 10^{13}$ Ом, что, в принципе, соответствует аналогичному показателю для керамики из AlN.

На рис. 2 приведена фотография типичной микроструктуры “диффузионного шва”, полученная на растром электронном микроскопе, а на рис. 3 – распределение элементов в нем, подтверждающее правильность выбора установленных выше параметров.

Исследования материала “сварного шва” показали его однородность, практически бесспористость и хорошую взаимную диффузию его компо-

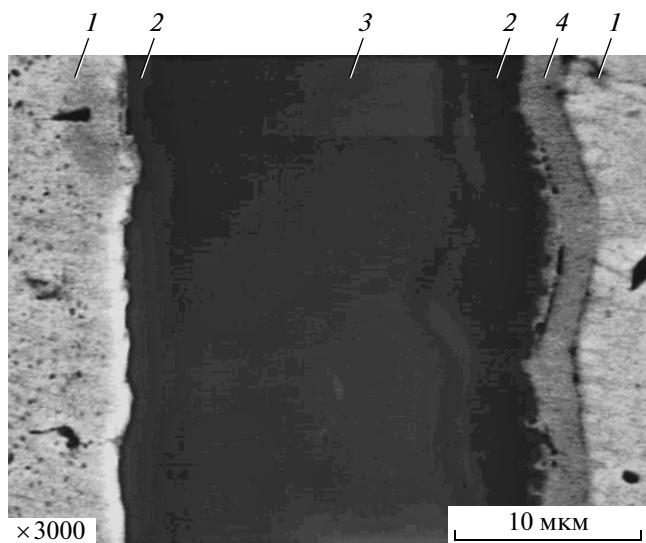


Рис. 2. Микроструктура “диффузионного шва”: V-4Cr-4Ti (1), Cr (2), AlN (3), осажденные по методу ионной бомбардировки конденсата; Cr (4), осажденный гальванически.

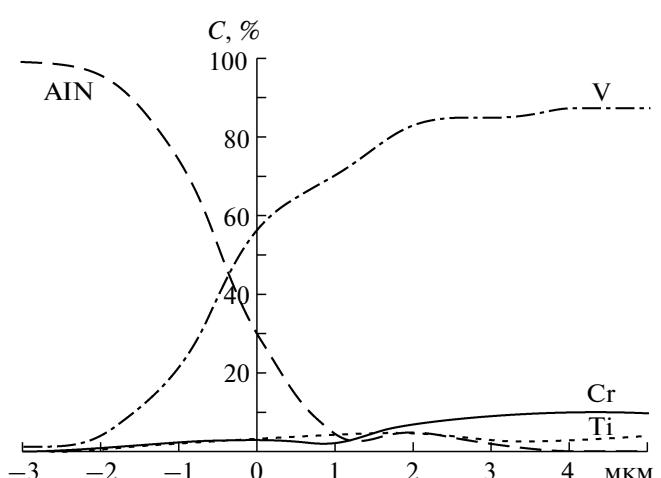


Рис. 3. Распределение элементов в поперечном сечении диффузионного шва (V-4Cr-4Ti)-Cr-AlN-Cr-(V-4Cr-4Ti).

нент, а также вполне приемлемую механическую прочность. Минимальная прочность полученного “диффузионного шва” превышает 7.5 МПа.

Анализ структуры места “разрыва” показал, что разрывы происходят как по слою AlN, так и затрагивают слой Cr, что свидетельствует о равной прочности этих слоев.

Таким образом, разработанная нами конструкция многослойной стенки канала литиевого бланкета имеет следующую структуру:

- несущий материал – “наружная стенка” – сплав V–Cr–Ti;
- “внутренняя стенка” – гильза-вставка из сплава V–Cr–Ti толщиной ~0.1 мм;
- на не контактирующую с жидким металлом поверхность “внутренней” стенки последовательно наносятся слои: Cr толщиной 1–2 мкм; AlN – 20–40 мкм; Cr ~ 1–2 мкм.

Подготовленные таким образом “наружная” и “внутренняя” стенки соединяются и диффузионно свариваются в вакуумной печи (газостате) при указанных выше значениях P_c , T_c , и τ_c .

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана технология и определены параметры формирования многослойной структуры из AlN, Cr и сплава V–Cr–Ti. Предложена и экспериментально подтверждена методика оценки параметров диффузионной сварки многослойной стенки жидкокометаллического бланкета.

Тем не менее, следует иметь в виду, что для получения конечного результата – изготовления канала литиевого бланкета – требуются еще весьма значительные усилия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kirillov I.R., Kraev N.D., Ostapenko V.P. et al. // Proc. 1st Int. Workshop on Liquid Metal Blanket Experimental Activities. CEA Headquarter. France, Paris: CEA Headquarter, 1997. P. 24.
2. Kirillov I.R., Shatalov G.E., Strebkov Yu.S. and the RF TBM Team. // Fusion Engineering and Design. 2006. V. 81. P. 425.
3. Vitkovsky I., Konev A., Ogorodnikov A. et al. // Abstracts 11th International Conference on Fusion Reactor Materials. Japan, Kyoto: Japan Atomic Agency, Naka Fusion Institute, 2003. P. 94.
4. Аксенов И.И., Андреев А.А., Романов А.А. и др. // Украинский физический журнал. 1979. Т. 24. № 4. С. 515.
5. Vitkovsky I.V., Gorunov A.V., Engelko V.I. et al. // Fusion Engineering and Design. 2002. V. 61–62. P. 739.
6. Витковский И.В., Конев А.Н., Шоркин В.С., Якушина С.И. // ЖТФ. 2007. Т. 77. Вып. 6. С. 28.
7. Витковский И.В., Конев А.Н., Шоркин В.С. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 2. С. 11.
8. Михайлов В.Н., Евтихин В.А., Люблинский И.Е. и др. // Литий в термоядерной и космической энергетике XXI века. М.: Энергоатомиздат, 1999.
9. Vitkovsky I.V., Konev A.N., Shorkin V.S. et al. // Plasma Devices and Operations. 2003. V. 11 (2). P. 81.
10. Хороших В.М., Леонов С.А., Белоус В.А. // ВАНТ. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. 2008. Вып. 1. С. 72.
11. Хороших В.М., Леонов С.А., Белоус В.А. и др. // Вестник Харьковского университета. Серия физическая “Ядра, частицы, поля”. 2007. № 784. Вып. 4 (36). С. 108.
12. Einstein A. // Zs. Elektrochem. 1908. V. 14. P. 235.
13. Корн Г.А., Корн Т.М. Справочник по математике для научных работников и инженеров. М.: Наука, 1974.