

УДК 538.975

**Влияние электрических параметров магнетронной распылительной системы
на структурные и защитные свойства хромовых покрытий**

Д.А. Ашихмин

Научный руководитель: доцент, к.т.н. Д.В. Сиделёв
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: daa39@tpu.ru

**Influence of electrical parameters of magnetron sputtering system
on structural and protective properties of chromium coatings**

D.A. Ashikhmin

Scientific Supervisor: Ass. Prof., Ph.D. D.V. Sidelev
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: daa39@tpu.ru

***Abstract.** In this work was obtained 3 types of the E110 alloy samples with Cr coatings, which was deposited by magnetron sputtering under different pulse frequency and duty cycle. The structural and protective properties of Cr coatings were investigated in relation of electrical parameters of power source of magnetron diode.*

***Key words:** magnetron sputtering, pulse frequency, duty cycle, chromium coatings.*

Введение

В настоящее время одним из эффективных способов повышения безопасности эксплуатации тепловыделяющих сборок российских водо-водяных энергетических реакторов (ВВЭР) является нанесение защитных покрытий на внешнюю поверхность оболочек топлива. Согласно имеющимся данным в литературе, хорошие результаты по коррозионной стойкости показывают хромовые покрытия [1], нанесённые с помощью различных методов (дуговое испарение, плазменное напыление, магнетронное распыление и пр.). Их осаждение на поверхность элементов, выполненных из циркониевых сплавов, позволяет улучшить стойкость к высокотемпературному окислению, повысить износостойкость, снизить поглощение водорода [2]. Помимо этого, циркониевый сплав с Cr покрытием обладают приемлемыми механическими свойствами и высокой пластичностью согласно требованиям, предъявляемым к топливным оболочкам [3]. Установлено, что наиболее высоким защитными свойствами обладают Cr покрытия, нанесённые с помощью магнетронного распыления. Следует отметить, что осаждение Cr покрытий может быть выполнено при разных параметрах, что впоследствии оказывает влияние на их структурные и, как следствие, защитные свойства. Получаемая структура зависит от плотности потока и энергии осаждаемых частиц в процессе конденсации покрытия. Эти величины можно изменять, варьируя давление рабочего газа в камере, потенциал смещения на образцы, их температуру и др. Роль перечисленных параметров осаждения на свойства металлических покрытий уже хорошо описана в литературе, определены основные закономерности их влияния [4, 5]. Однако, в последнее время очень интенсивно развивается направление, связанное с разработкой электрических схем питания. Разработаны новые источники питания магнетронных распылительных систем с широкой вариацией импульсных параметров. Поэтому требуется рассмотреть влияние параметров источника питания магнетронной распылительной системы на свойства получаемых покрытий. Таким образом, настоящая работа направлена на установление закономерностей влияния электрических параметров источника питания магнетронной распылительной системы на структурные и защитные свойства хромовых покрытий.

Экспериментальная часть

Проведены 3 серии экспериментов по нанесению Cr покрытий на образцы из циркониевого сплава Э110. Для осаждения была применена схема, изображённая на рис. 1. Параметры осаждения покрытий представлены в таблице 1.

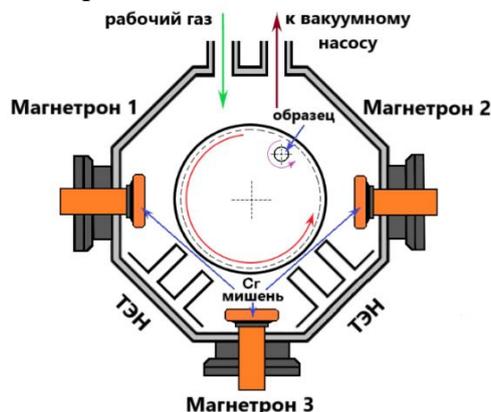


Рис. 1. Схема эксперимента по осаждению хромовых покрытий на циркониевый сплав Э110

Таблица 1

Параметры осаждения Cr покрытий

| Общие параметры | | | | | | Изменяемые параметры | |
|-----------------|----------|-----------------------------|-----------|-----------------------------|-----------|----------------------|---------|
| № | P (Па) | Q_t (Вт/см ²) | U_b (В) | j_s (мА/см ²) | t (мин) | f (кГц) | d (%) |
| 1 | 0,21 | 31 | -100 | 8,02 | 110 | 40 | 80 |
| 2 | 0,19 | | | 4,93 | 121 | 40 | 50 |
| 3 | 0,22 | | | 4,32 | 102 | 10 | 50 |

Примечание: P – рабочее давление; Q_t – плотность мощности разряда; U_b – потенциал смещения; j_s – плотность ионного тока; t – время напыления; f – рабочая частота; d – коэффициент заполнения импульсов.

Для исследования кристаллической структуры и микроструктуры полученных покрытий использовались методы рентгеновской дифракции и просвечивающей электронной микроскопии. Выполнено два вида испытаний коррозионной стойкости:

- высокотемпературное окисление образцов в атмосфере (1100 °С);
- высокотемпературное окисление образцов в водяном паре (1200 °С).

Результаты и

На рис. 2 приведены рентгеновские спектры образцов и рассчитанные текстурные коэффициенты.

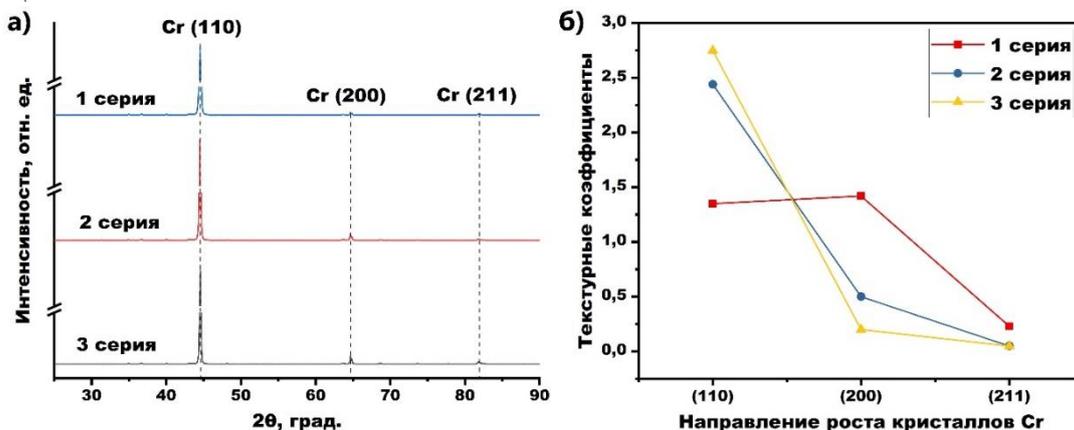


Рис. 2. Дифрактограммы образцов с Cr покрытием (а) и значения текстурных коэффициентов (б)

Рост кристаллов Cr проходил в направлениях (110), (200) и (211). Однако для образцов из 1 серии направления (110) и (200) были выражены более ярко. Вероятно, это связано с наличием дополнительной энергии, которая и является причиной роста кристаллов в другом направлении. Источником этой энергии могут служить ускоренные ионы рабочего газа, которые бомбардируют подложку в процессе осаждения. В случае режима 1 на подложку поступает большее количество ионов, достигнуто более высокое значение ионного тока: 8,02, 4,93 и 4,32 мА/см² для серий 1, 2 и 3, соответственно.

Анализ коррозионной стойкости образцов выполнялся путём расчёта их удельного привеса после испытаний (рис. 3).

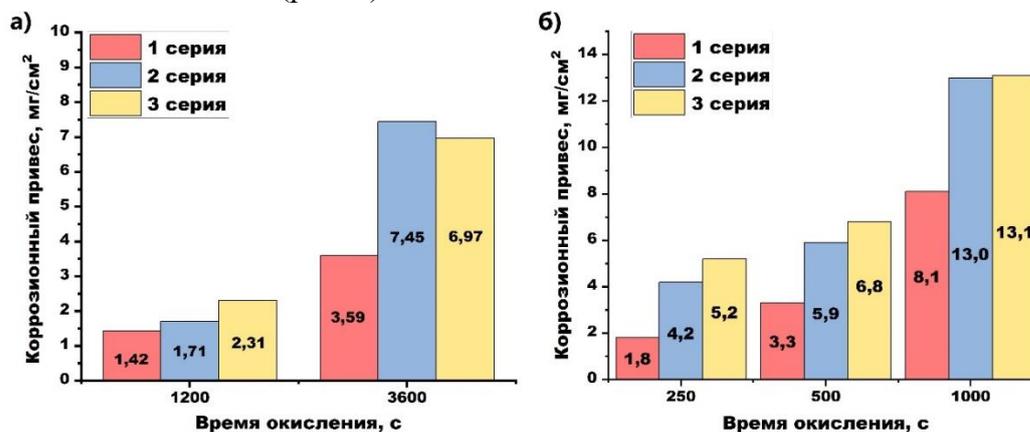


Рис. 3. Диаграммы привеса образцов в зависимости от времени изотермической выдержки при окислении в атмосфере (а) и водяном паре (б)

Из полученных зависимостей видно, что наиболее коррозионностойкими оказались образцы из 1 серии, т.к. они обладали самыми низкими значениями привеса, что говорит о меньшем количестве проникающего вглубь образцов кислорода.

Заключение

В результате проведённых исследований выявлена закономерность влияния электрических параметров источника питания магнетронной распылительной системы на структурные и защитные свойства хромовых покрытий.

Исследование выполнено в рамках выполнения гранта Президента РФ (проект № МК-3570.2022.4).

Список литературы

1. Bae J.H. et al. Effect of chromium coated zircaloy cladding of accident tolerant fuel on the best estimate LOCA methodology // Progress in Nuclear Energy. – 2022. – V. 151. – P. 104330.
2. Yan Y. et al. Oxidation, and Ductility Evaluation of Cr-Coated Zircaloy-4 Tubing // Metals. – 2022. – V. 12, № 12. – P. 1998.
3. Ma X. et al. Elastoplastic Deformation and Fracture Behavior of Cr-Coated Zr-4 Alloys for Accident Tolerant Fuel Claddings // Frontiers in Energy Research. – 2021. – V. 9. – P. 655176.
4. Kashkarov E.B. et al. Chromium coatings deposited by cooled and hot target magnetron sputtering for accident tolerant nuclear fuel claddings // Surface and Coatings Technology. – 2020. – V. 389. – P. 125618.
5. Sidelev D.V. et al. A comparative study on high-temperature air oxidation of Cr-coated E110 zirconium alloy deposited by magnetron sputtering and electroplating // Surface and Coatings Technology. – 2022. – V. 433. – P. 128134.