

## Катодное распыление ниобия и его сплавов в гелиевом тлеющем разряде

СКОРОВ Д. М., КАЛИН Б. А., ВОЛКОВ В. Б., КАРЦЕВ П. И., КИРИЛИН Н. М.

УДК 621.039.54.2

Ниобий и его сплавы рассматриваются как перспективные материалы для первой стенки термоядерных установок, что, в частности, объясняется сочетанием хороших физических свойств, высокой жаропрочности и технологичности. Однако ниобий подвержен заметному ионному распылению. За год работы термоядерного реактора может быть распылено более 1 мм толщины первой стенки из сплава ниобия с 1% циркония [1]. Максимальное распыление стенки будет наблюдаться в результате взаимодействия материала с легкими ионами, такими продуктами реакций термоядерного синтеза, как дейтерий и гелий. Это делает актуальным исследование возможности защиты ниобия от распыления легкими ионами.

В настоящей работе изучалось влияние легирования, класса чистоты поверхности и покрытий на распыление образцов ниобия ионами гелия. Эксперименты проводились в тлеющем разряде на установке ВУП-2К при давлении  $(1-2) \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст., ускоряющем напряжении 9,0 кВ и токе 1,4—3,0 мА/см<sup>2</sup>. Температуру образца поддерживали в интервале 20—50° С. Камера установки описана ранее [3]. Для оценки относительного количества распыленного материала использован метод измерения оптической плотности вещества, осажденного на коллекторе [3]. В качестве коллектора использованы четыре стеклянные пластины, установленные по периферии параллельно образующим цилиндрического корпуса камеры на равных расстояниях от распыляемой мишени.

Оптическая плотность напыленного на коллектор вещества измерялась на микрофотометре МФ-4. Составы распыляемых материалов представлены в таблице. Ниобий и сплавы прошли рекристаллизационный отжиг при температуре 1100—1250° С в течение 3 ч в вакууме.

Путем шлифовки и полировки изготовлены образцы разных классов чистоты поверхности (V 2—V 8), оцениваемых на профилографе-профилометре модели 201 с диаграммной записью рельефа.

### Состав исследованных сплавов, вес. %

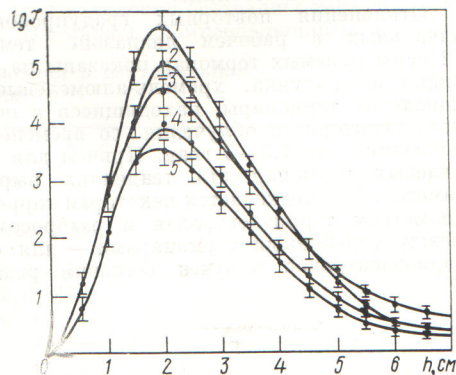
Материал	Маркировка	C	Fe	Ni	Ta	Ti	Zr	Mo	W
Ниобий	1*	0,01	0,005	—	0,29	0,01	—	0,005	0,005
Сплав ниобия	5	0,09	—	—	—	—	1,10	—	—
Сплав ВН-2АЭ	4	0,015	0,1	0,1	0,2	—	0,80	4,2	—
	3	0,021	0,1	0,1	0,4	0,2	0,76	4,1	—
	2	0,015	0,1	0,1	0,4	0,2	0,72	4,05	—

\* Данная маркировка показана на рис. 2.

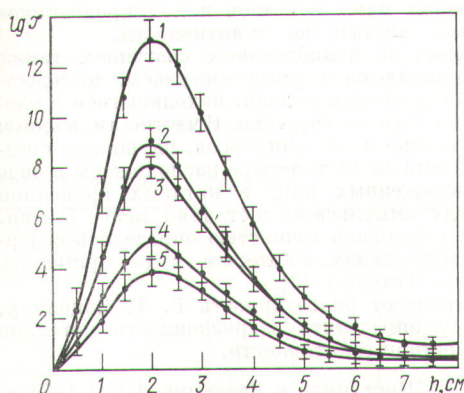


Р и с. 1. Электронно-микроскопический снимок реплики с поверхности ниобия после распыления

Тонкая структура поверхности образцов до и после распыления изучалась посредством электронно-микроскопического исследования угольных реплик. Алитирование образцов проведено методом горячего погружения при температуре расплава 720° С в течение 20 мин. Напыление ниобиевого покрытия на изучаемые образцы осуществлялось в тлеющем разряде на той же установке. Структура металла, выявленная при бомбардировке поверхности ионами гелия, представлена на рис. 1. Результаты измерений распыления исследуемых материалов приведены на рис. 2, где  $\chi$  — среднеквадратическая оптическая плотность распыленного материала на коллекторных пластинах, определенная по данным четырех измерений;  $h$  — высота коллектора. Коэффициенты распыления сплавов относительно исходного ниобия определялись как отношения этих среднеквадратических величин для одного и того же угла (максимального) распыления к величине, полученной для рас-



Р и с. 2. Распределения плотности распыленного материала по высоте коллектора для ниобия и его сплавов с различной маркировкой (см. таблицу)



Р и с. 3. Распределение плотности распыленного материала для образцов ниобия с различным классом чистоты поверхности:

1 — четвертый класс чистоты; 2 — пятый; 3 — третий; 4 — седьмой (электролитическая полировка); 5 — шестой (механическая полировка)

пыленного ниобия. Эти отношения образуют следующую пропорцию:

$$Y_1 : Y_2 : Y_3 : Y_4 : Y_5 = 1 : 0,9 : 0,88 : 0,72 : 0,66.$$

Видно, что распыление сплавов несколько ниже, чем распыление нелегированного ниобия. Распыление уменьшается с увеличением содержания циркония в сплаве, что согласуется с опубликованными результатами [1], но тем не менее легирование не снижает заметно распыление ниобия.

Результаты исследований влияния чистоты поверхности на скорость распыления представлены на рис. 3.

Минимальное распыление наблюдается на механически полированных образцах (кривая 5). В процессе распыления образцов с развитой поверхностью наблюдается сглаживание неровностей и явление микроструктуры. Предварительное напыление на образец слоя ниобия в два раза уменьшило распыление образца ионами гелия.

Существенное повышение стойкости к распылению было достигнуто путем алитирования образцов, которые не претерпевали заметного распыления при увеличении времени распыления примерно в 10 раз. Измерением микротвердости установлено, что защитный слой имеет очень высокую твердость ( $H_V = 1100$  кг/мм<sup>2</sup>). Рентгеновский фазовый анализ на дифрактометре УРС-50-И показал, что в зоне между покрытием и матрицей присутствуют соединения Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, NbAl<sub>3</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Высокое сопротивление поверхностного слоя распылению, по-видимому, связано с присутствием этих соединений, что согласуется как с экспериментальными результатами [1], так и с физическими представлениями о зависимости катодного распыления от энергии межатомной связи [3].

Поступило в Редакцию 17/V 1974 г.  
В окончательной редакции 18/XI 1974 г.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Behrisch R. «Nucl. Fusion», 1972, v. 12, p. 695.
2. Скоров Д. М. и др. «Атомная энергия», 1972, т. 32, вып. 4, с. 319.
3. Плешивцев Н. В. Катодное распыление. М., Атомиздат, 1968.

## Радиоактивные примеси в полупроводниковом германии

ПОМАНСКИЙ А. А., СЕВЕРНЫЙ С. А.

УДК 621.039.58

Успех различных экспериментов по выделению редких событий во многом определяется использованием детекторов, состоящих из веществ, обладающих очень низким уровнем собственной радиоактивной загрязненности. Ряд экспериментов требуют применения детекторов с содержанием радиоактивных примесей урана и тория менее чем 10<sup>-9</sup>%.

Один из наиболее распространенных полупроводниковых металлов является германий. К чистоте германия предъявляются чрезвычайно высокие требования, допускающие присутствие примесей некоторых элементов не более 10<sup>-9</sup>% [1]. Монокристаллический германий высокой чистоты можно использовать и как катод пропорционального счетчика, например, для регистрации очень редких распадов <sup>37</sup>Ag и <sup>7</sup>Be, являющихся продуктами взаимодействия солнечных нейтрино с мишенью [2], и в качестве полупроводникового Ge(Li)-детектора, например, при поисках двойного β<sup>-</sup>-распада <sup>76</sup>Ge [3]. Однако для этого необходимо знать содержание радиоактивных примесей в его составе.

Один из наиболее простых и чувствительных методов определения радиоактивной загрязненности в металлах — измерение их поверхностной α-активности. Для этой цели из различных образцов монокристаллов германия, полученных на разных предприятиях, были

изготовлены пропорциональные счетчики. Так как монокристаллический германий механически плохо обрабатывается, цилиндрические отверстия в образцах делали при помощи ультразвука, что исключало возможность попадания посторонних радиоактивных примесей на стенку счетчика. Счетчики имели различные размеры: φ = 3,3 мм; l = 25 мм; φ = 11 мм; l = 80 мм. Через пробки, сделанные из органического стекла, натянута вольфрамовая позолоченная нить толщиной 8 мкм. Счетчики, снабженные калибровочным слюдяным окном диаметром 0,8 мм, наполнялись рабочей смесью (90% Xe и 10% CH<sub>4</sub>) до давления 1 ат; проверка счетчиков осуществлялась с помощью внешнего источника α-частиц <sup>238</sup>Pu. Остальные счетчики калибровались внешним источником γ-излучения. Суммарное время измерений составляло 700 ч. Результаты измерений показали, что α-активность всех счетчиков одинакова и составляет 0,01 имп/ч·см<sup>2</sup>. Так как органическое стекло и вольфрамовая нить имеют очень низкую загрязненность [4, 5], они не могут внести заметного вклада в наблюдаемую активность. Появление больших импульсов в счетчике могло быть связано с нуклонным компонентом космических лучей. Однако это скорее всего исключается, так как анализ распределения событий по времени показал наличие соответ-