

КВАЛИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ РАЗЛИЧНОГО ФУНКЦИОНАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ НА ВНУТРИКАМЕРНЫЕ КОМПОНЕНТЫ БЛАНКЕТА ИТЭР

Чебурова А.В., Козлов С.А., Хомяков С.Э., Поддубный И.И., Свириденко М.Н.
(АО «НИКИЭТ», Москва, Россия), Беликов А.И., Колесник Л.Л.
(ООО «Электровакуумные технологии», Москва, Россия),
Шер Е.С., Ульяницкий В.В. (ООО «СТЗП», Новосибирск, Россия),
Путрик А.Б. (Частное учреждение «ИТЭР-Центр», Москва, Россия)

Введение

В рамках реализации международных соглашений АО «НИКИЭТ» изготавливает и поставляет на площадку ИТЭР ряд внутрикамерных компонентов (ВКК). Изготовление ВКК предполагает не только механическую обработку, но и нанесение покрытий различного функционального назначения.

При изготовлении элементов ВКК наносится два типа покрытия: электроизоляционное покрытие (ЭИП) и антифрикционное/антисхватывающее покрытие (АФП/АСП).

Отработка технологий нанесения покрытий и их квалификация проводится специалистами АО «НИКИЭТ» совместно с российскими малыми научно-производственными компаниями: ООО «Сибирские технологии защитных покрытий» (г. Новосибирск) и ООО «Электровакуумные технологии» (г. Москва) соответственно.

После отработки технологии выполняется квалификация каждого типа покрытия. Квалификация - это комплекс исследований и испытаний, проводимых с целью проверки функциональных характеристик изделия на соответствие требованиям Международной Организации ИТЭР (МО ИТЭР).

В данной статье описаны технологии нанесения ЭИП и АФП/АСП, а также приведены этапы и результаты квалификации для каждого типа покрытия по состоянию на 2023 год.

1. Электроизоляционное покрытие

Электроизоляционное покрытие (ЭИП) предназначено для обеспечения электрической изоляции элементов ВКК бланкета ИТЭР. Изоляция необходима для электрической развязки систем и одновременной организации петель течения тока во время срывов плазменного шнура. Нанесение ЭИП присутствует во всех узлах соединителей модулей бланкета и первой стенки за исключением электрических соединителей.

Согласно технической спецификации МО ИТЭР, ЭИП должно удовлетворять следующим функциональным требованиям: нагрев до 400 °С, удельное электрическое сопротивление более 2×10^9 Ом·м, толщина покрытия не менее 200–350 мкм. В процессе эксплуатации ЭИП должно выдерживать значительные механические нагрузки (циклические и ударные) без потери целостности покрытия.

Согласно общим требованиям Вакуумного справочника ИТЭР, к ЭИП предъявляются требования по чистоте нанесенного материала: массовая доля Al_2O_3 в покрытии минимум 99 %. На стадии квалификации должен быть проверен фракционный состав исходного порошка и выполнен микроструктурный анализ нанесенного ЭИП.

После ряда сравнительных испытаний был выбран детонационный метод нанесения ЭИП. Данная технология обеспечивает наивысшую адгезию и наименьшую пористость среди всех газотермических покрытий [1, 2]. Детальная технология

нанесения ЭИП на ВКК разработана специалистами ООО «Сибирские технологии защитных покрытий» (г. Новосибирск).

В качестве материала ЭИП используется оксид алюминия (Al_2O_3) с адгезионным подслоем из NiCr. Готовые изделия с нанесенным ЭИП представлены на рис. 1.



Рис.1. Изделия с электроизоляционным покрытием (ЭИП белого цвета)

Для подтверждения качества и работоспособности ЭИП, нанесенного детонационным методом, была проведена квалификация процесса, включающая:

- визуальный контроль нанесенного ЭИП;
- измерение толщин подслоя и покрытия;
- измерение шероховатости поверхностей с ЭИП;
- измерение объемного сопротивления ЭИП;
- проверку адгезионной прочности сцепления ЭИП с материалом подложки;
- измерение пористости ЭИП;
- анализ химического состава ЭИП.

Все вышеуказанные испытания проведены по процедурам, предварительно утвержденным в МО ИТЭР.

В процессе квалификации получены следующие результаты.

Визуальный контроль показал наличие незначительных металлических включений в ЭИП. Данные включения появились из-за эрозии ствола установки при вынужденной замене рабочей газовой смеси. Для исследования влияния включений на электросопротивление ЭИП было изготовлено и испытано 15 дополнительных образцов-свидетелей (рис.2). В результате испытаний измеренное удельное электросопротивление соответствовало критерию приемки (более 2×10^9 Ом·м). В связи с этим рекомендовано актуализировать критерии приемки в Процедуре визуального контроля ЭИП.



Рис.2. Дополнительные образцы-свидетели с включениями

Толщина покрытия была измерена двумя методами: методом пересчета и прямым измерением с применением вихретокового толщиномера. Значения толщин находятся в диапазоне $0,30 \div 0,35$ мм, что удовлетворяет требованиям МО ИТЭР (критерий $0,2 \div 0,35$ мм).

Результаты измерения шероховатости ЭИП подтвердили зависимость от фракционного состава исходного порошка. Для исключения рисков и гарантированного выполнения требований чертежей ($Ra\ 6,3$ мкм) рекомендовано выполнять шлифовку ответственных поверхностей после нанесения ЭИП.

Измерение объемного электрического сопротивления показало превышение диапазона измерения прибора (10^{10} Ом·м), что удовлетворяет требованиям МО ИТЭР (2×10^9 Ом·м). Измерения проводились по утвержденной процедуре на основе ГОСТ Р 50499-93, процесс показан на рис. 3.

Определение адгезионной прочности проводилось по утвержденной процедуре согласно ASTM C633-2013 (рис. 4) и также подтвердило соответствие критерию приемки (≥ 20 МПа).

Результаты определения пористости, проведенные в АО «НИКИЭТ», показали соответствие критериям приемки (среднее значение пористости до 3,5 % при критерии приемки до 10 %).



Рис. 3. Измерение удельного объемного электрического сопротивления ЭИП



Рис. 4. Измерение прочности сцепления на разрывной машине

На основании химического анализа были сделаны выводы о природе включений, выявленных при визуальном контроле (эрозия ствола). Включения металлические, допустимые согласно Вакуумному Справочнику ИТЭР. При этом массовая доля Al_2O_3 составила не менее 99 %, что соответствует требованиям МО ИТЭР.

По итогам проведенной квалификации был выпущен Отчет о квалификации ЭИП, на основании которого было принято решение об одобрении и утверждении предлагаемого процесса нанесения для дальнейшего серийного производства ВКК.

2. Антифрикционное покрытие

В целях снижения момента затяга в резьбовых элементах, а также для снижения касательных сил на контактных поверхностях элементов ВКК наносится антифрикционное/антисхватывающее покрытие (АФП/АСП).

На рис. 5 показаны элементы ВКК с нанесенным АФП/АСП: слева коническая втулка до снятия защитной маски, справа болт в оснастке после нанесения, в центре накладка с ЭИП и АФП/АСП.

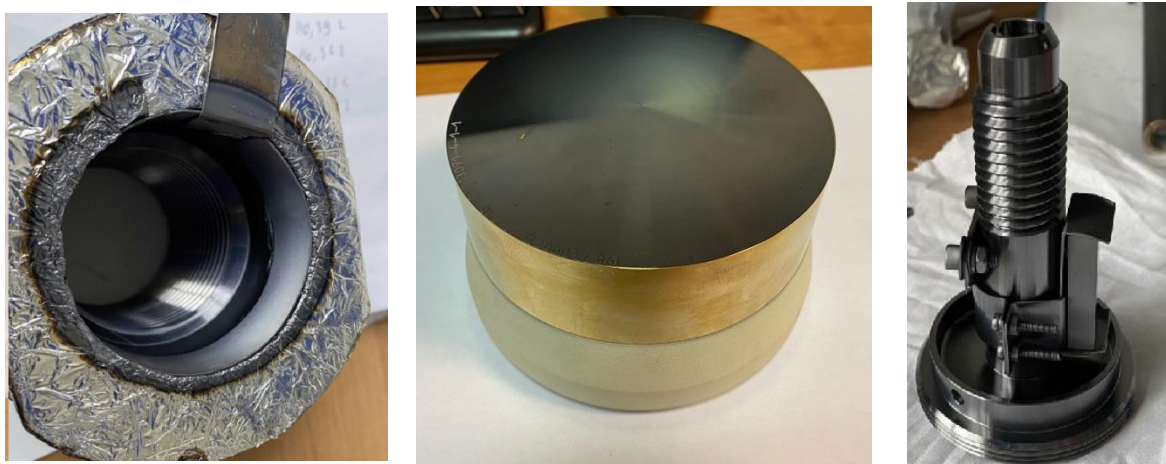


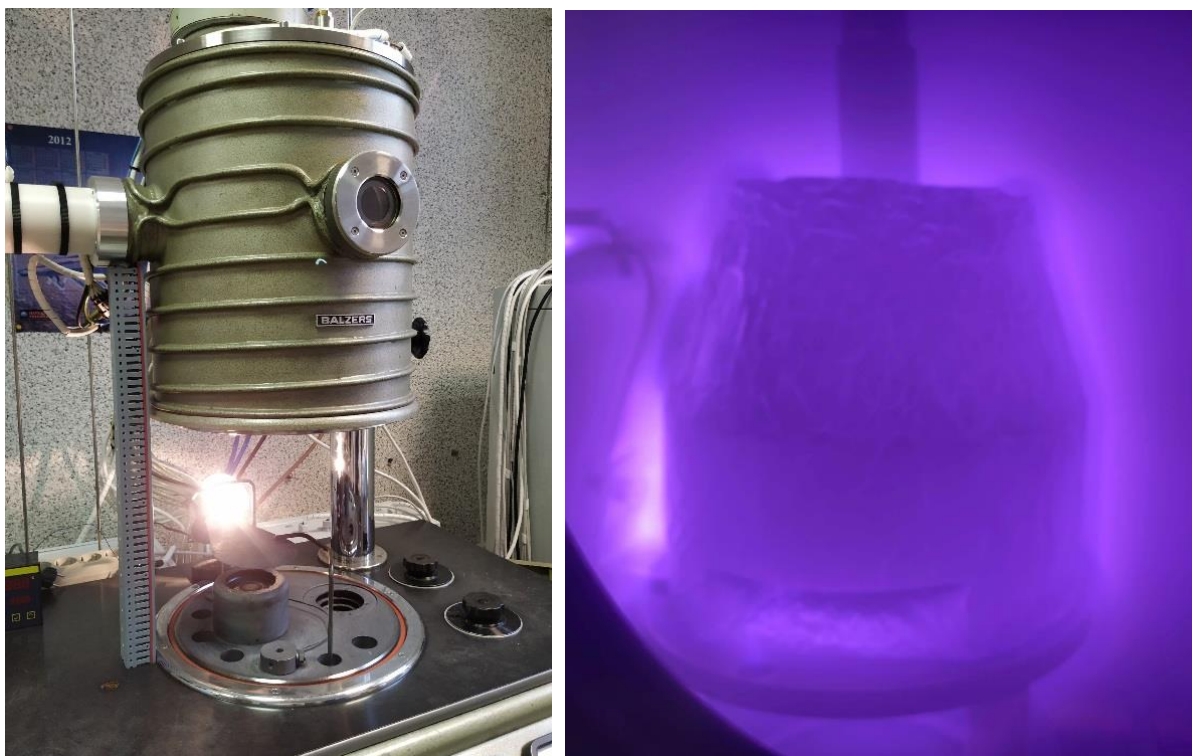
Рис. 5. Детали с антифрикционным/антисхватывающим покрытием (АФП/АСП темно-серого цвета)

Нанесенное АФП/АСП должно обеспечивать:

- уменьшение коэффициента трения в резьбовой паре до значения 0,1 при нормальных условиях (обеспечение закручивания-откручивания в процессе сборки реактора ИТЭР);
- уменьшение коэффициента трения в паре «электроизолирующая накладка-вакуумная камера» до значения 0,4 в условиях вакуума 5×10^{-2} Па при повышенной температуре 250 °С (исключение фреттинга при циклических механических нагрузках в процессе работы реактора ИТЭР).

Материал, рекомендованный МО ИТЭР в качестве АФП/АСП – дисульфид молибдена (MoS_2) [3].

После ряда предварительных испытаний по отработке технологии нанесения [4] в качестве АФП/АСП выбран дисульфид молибдена MoS_2 , нанесенный методом магнетронного распыления в вакууме (рис. 6). Технология нанесения разработана специалистами ООО «Электровакуумные технологии».



*Рис. 6. Установка для нанесения (слева)
и процесс магнетронного нанесения АФП/АСП (справа)*

Процесс нанесения АФП/АСП включает в себя предварительную очистку на воздухе, вакуумную ионную очистку и активацию поверхности с последующим магнетронным нанесением без развакуумирования камеры. Блок-схема процессов показана на рис. 7.



Рис. 7. Технологический маршрут нанесения АФП/АСП

Технология нанесения АФП/АСП также прошла все стадии квалификации:

- измерение толщины нанесенного покрытия;
- визуальный контроль;
- трибологические испытания;
- ресурсные испытания полномасштабных прототипов.

Ресурсные испытания полномасштабных прототипов проходили по разным программам в зависимости от типа изделия: для резьбовых пар были проведены испытания на закручивание/откручивание; для электроизолирующих накладок были выполнены механические циклические и ударные испытания.

По итогам проведенной квалификации были получены следующие результаты.

Толщина нанесенного АФП/АСП, измеренная профилометрическим методом на образцах-свидетелях, составила 6 ± 2 мкм, что соответствует заявленному критерию приемки. После проведения ресурсных испытаний было проведено дополнительное измерение толщины АФП/АСП металлографическим методом (рис. 8).

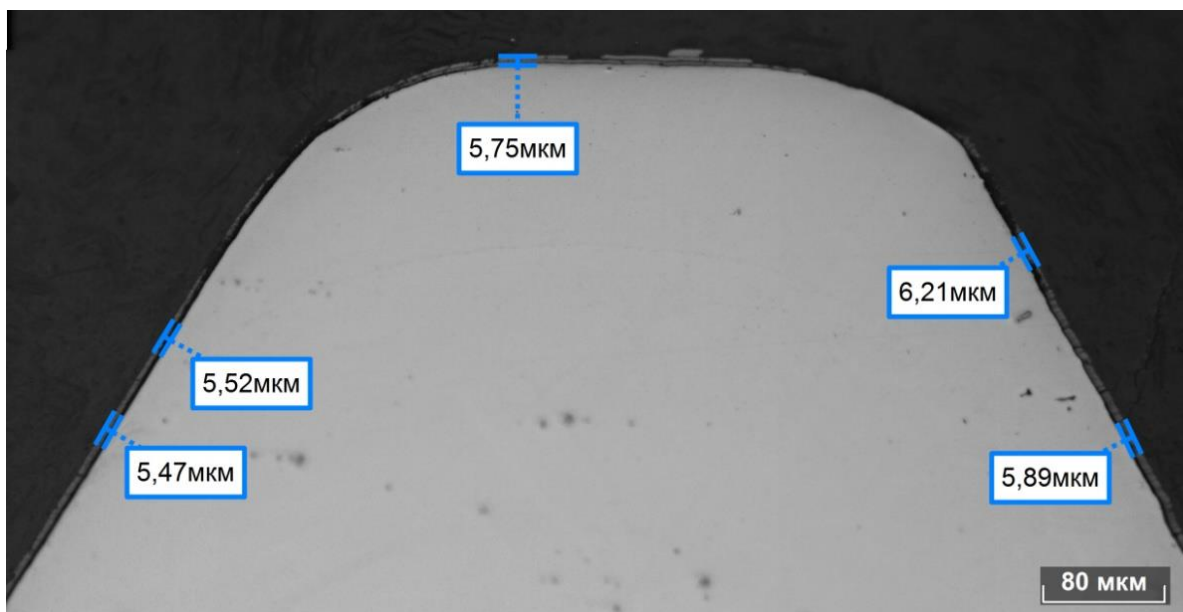


Рис. 8. Профиль зуба резьбы с АФП после испытаний (увеличение x180)

Визуальный контроль выявил частичные неравномерности покрытия, заметные невооруженным взглядом, внешний вид приведен на рис. 9. Неравномерности вызваны технологическими особенностями нанесения. Последующие ресурсные испытания показали, что данные дефекты не влияют на функциональные свойства покрытия, вследствие чего рекомендовано скорректировать критерии приемки по визуальному контролю при дальнейшем изготовлении.

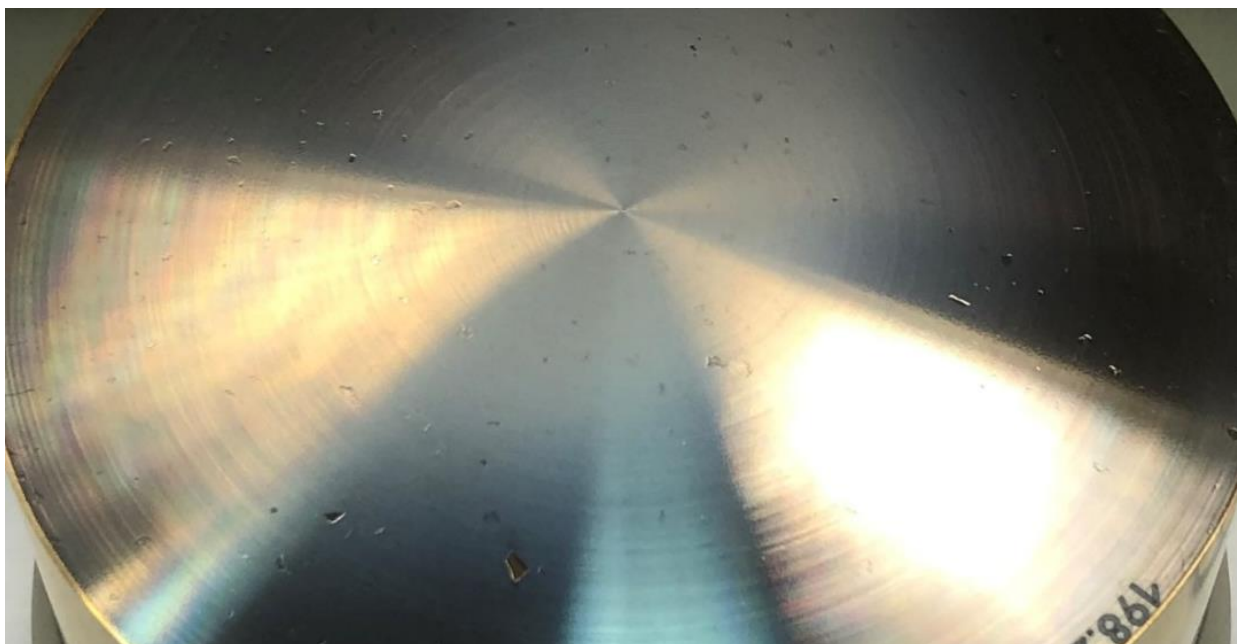


Рис. 9. Состояние поверхности с АФП/АСП после нанесения на электроизолирующую накладку

Для трибологических испытаний были установлены следующие параметры:

Изделия	Нормативный документ	Условия проведения испытаний*	Тип движения	Путь трения	Контактное давление по Герцу
Электроизолирующие накладки	ASTM G133-05	Вакуум 5×10^{-2} Па, $25 \pm 5^\circ \text{C}$	Возвратно-поступательное	5 м	$\geq 1\,000$ МПа
Резбовые пары (резьбы типа М и LK)	ASTM G99	Атмосфера, $25 \pm 10^\circ \text{C}$, Влажность $\leq 60\%$	Однонаправленное круговое	15 м	$\geq 1\,500$ МПа

*Половина объектов испытаний была предварительно выдержана в климатической камере при температуре $(25 \pm 15)^\circ \text{C}$ и повышенной влажности не менее 60% в течение не менее 340 часов. Данная обработка проводилась для исследования влияния повышенной влажности на функциональные свойства MoS_2 при длительном хранении.

Для испытаний в вакууме был специально спроектирован и собран вакуумный трибологический стенд.

В результате трибологических испытаний были получены графики зависимости коэффициента трения от времени при заданных параметрах (рис. 10). Для образцов-свидетелей измеренные значения коэффициента трения, в основном, располагаются в диапазоне от 0,020 до 0,094, что соответствует критериям приемки.

Внешний вид поверхности образца и ответного стержня после испытаний показан на рис. 11.

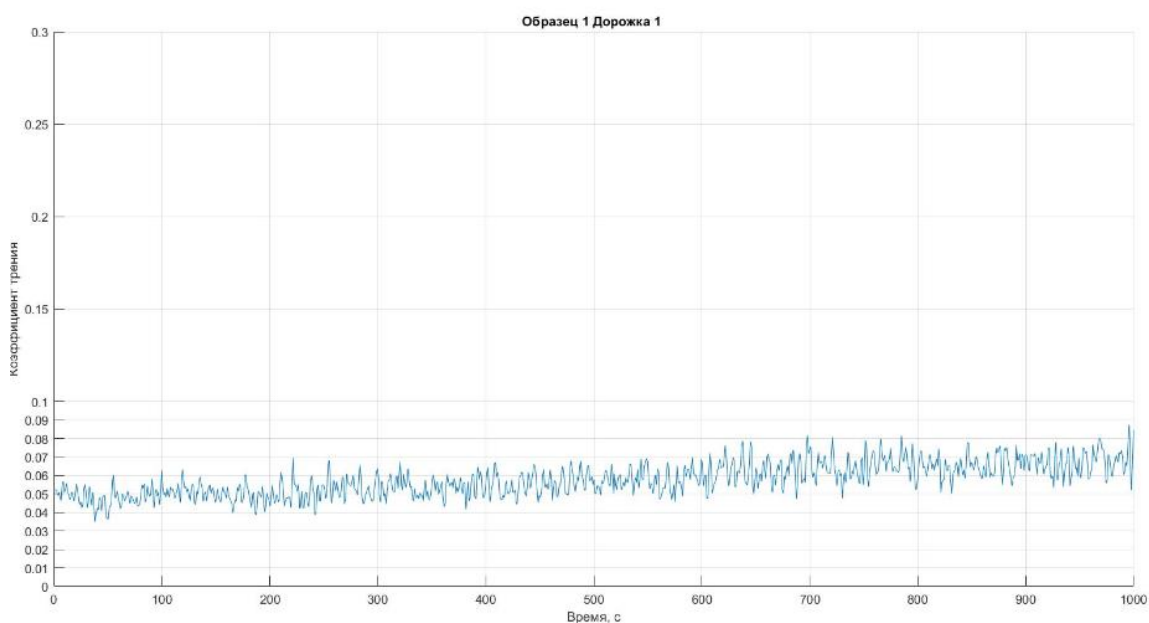


Рис. 10. Характерный вид зависимости «коэффициент трения-время»



Рис. 11. След дорожки трения (слева) и состояние поверхности ответного стрежня (справа) после трибологических испытаний АФП/АСП

Ресурсные испытания полномасштабных прототипов изделий с АФП/АСП в настоящее время продолжают, но предварительные результаты для отдельных типов изделий уже получены.

Испытания на закручивание-откручивание проводились на резьбовых парах «болт-гайка» с различными комбинациями АФП/АСП. Целью испытаний было получение экспериментальных зависимостей между усилием затяга болта и значением приложенного момента.

В эксперименте были задействованы шесть резьбовых пар: одна пара с метрической резьбой на болте и гайке (М24/М24), а также пять пар с метрической резьбой на болтах и самостопорящей резьбой профиля Selflock на гайках (М24/LK24).

В первых двух вариантах АФП/АСП было нанесено только на гайку и шайбу; в следующих трех АФП/АСП было нанесено на все контактные поверхности (гайка, шайба и болт, см. рис. 12). Технология нанесения для шестой резьбовой пары была оптимизирована: АФП/АСП было нанесено на болт, шайбу и на внутреннюю резьбу гайки с двух сторон.



Рис. 12. Резьбовые пары до испытаний на закручивание-откручивание (слева болт без покрытия, справа все функциональные элементы с АФП/АСП)

Результаты испытаний на закручивание-откручивание и значения моментов раскручивания для первой и шестой пар представлены на рис. 13 и 14.

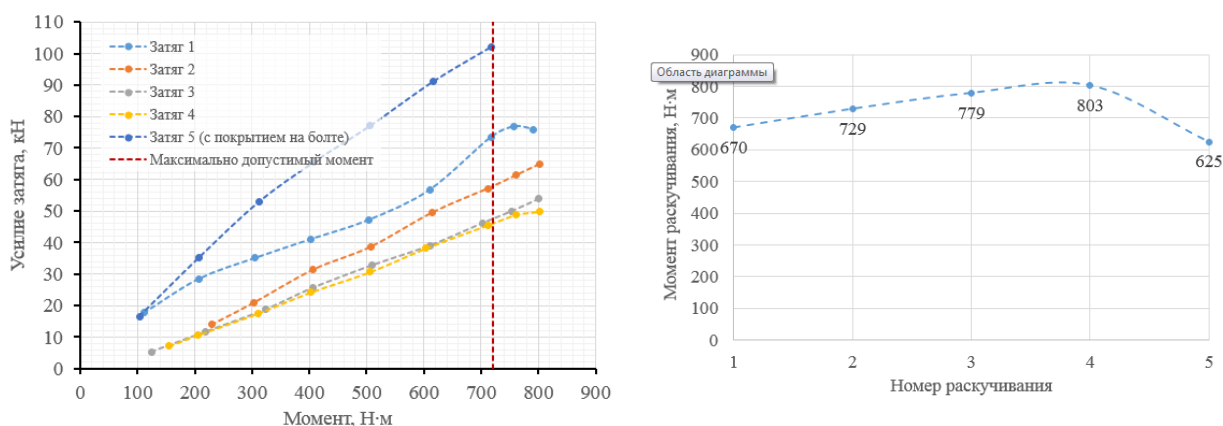


Рис. 13. Характерный вид диаграмм «момент-усилие затяга» и значения моментов раскручивания по результатам испытаний (первая пара)

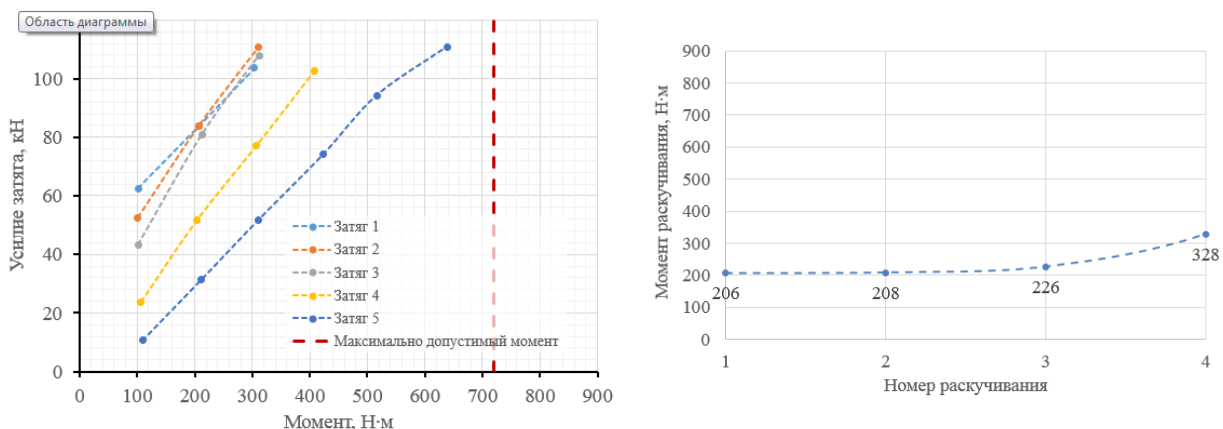


Рис. 14. Характерный вид диаграмм «момент-усилие затяга» и значения моментов раскручивания по результатам испытаний (шестая пара)

В шестой паре с оптимизированной технологией нанесения при всех пяти закручиваниях было достигнуто требуемое усилие затяга болта в (95 ± 5) кН (см. рис. 14). Причем, при первых трех закручиваниях получены стабильные результаты. Максимальный приложенный момент на ключе не превышал 320 Н·м. После четвертого затяга наблюдалась деградация свойств АФП/АСП, что выражено в расслоении кривых «момент – усилие затяга». Для всех проведенных закручиваний приложенный момент на ключе не превышал предельное значение 720 Н·м, что подтверждает работоспособность АФП/АСП.

Одновременно в рамках квалификации были проведены ресурсные испытания электроизолирующих накладок с АФП/АСП. Детальное описание и результаты проведенных испытаний приведены в [5]. В процессе испытаний происходит нарушение целостности АФП/АСП, посредством чего обеспечивается смазочный и антифреттинговый эффект. Однако целесообразность применения АФП/АСП на электроизолирующих накладках неоднозначна. Было предложено упростить технологию изготовления и отказаться от нанесения АФП/АСП для накладок. В МО ИТЭР был выслан соответствующий запрос, который в настоящее время проходит стадию согласования.

Результаты вышеперечисленных квалификационных испытаний подтвердили соответствие выбранного метода нанесения АФП/АСП требованиям МО ИТЭР. Представители МО ИТЭР отметили высокую длительность осаждения MoS_2 (1 мкм в час

при требуемой толщине порядка 6 мкм), что может вызывать риск переноса сроков изготовления финальных изделий.

В связи этим было предложено разделить функционал АФП/АСП: оставить магнетронное нанесение MoS_2 в качестве АФП на детали, в которых необходимо уменьшение трения в резьбе и разработать альтернативный метод нанесения АСП для резьб, где необходим антисхватывающий эффект.

3. Антисхватывающее покрытие

Антисхватывающее покрытие (АСП) наносится на элементы ВКК, в которых не требуется низкий коэффициент трения, но необходимо предотвратить возможное схватывание и обеспечить монтаж и демонтаж модулей blankets.

В качестве материала АСП выбрана чистая медь с никелевым подслоем, нанесение проводится электролитическим методом [6]. Пример изделий с указанным покрытием показан на рис. 15.



Рис. 15. Изделия с нанесенным антисхватывающим покрытием (АСП)

Метод нанесения покрытия также должен пройти квалификацию. В данном случае квалификационные испытания АСП проводятся на основе стандартных методов согласно утвержденным в МО ИТЭР процедурам контроля и измерения:

- измерение толщины по ГОСТ 9.302-88;
- контроль адгезии по ISO 2819:2018;
- визуальный контроль по EN 13018:2016.

Одновременно остаются актуальными требования к используемым материалам: согласно Вакуумному справочнику ИТЭР медь для АСП должна иметь чистоту более 99,9 % и подтверждаться сертификатом; все жидкие и твердые материалы, имеющие контакт с покрытыми изделиями, должны быть согласованы с МО ИТЭР.

В текущем году проводятся поисковые работы по отработке технологии нанесения АСП с сопутствующим контролем толщины, адгезионной прочности и визуальным контролем покрытия.

Заключение

В настоящей статье обобщены результаты процессов квалификации для покрытий различного функционального назначения: ЭИП, АФП/АСП и АСП. По результатам испытаний даны рекомендации по улучшению процессов изготовления ВКК и их адаптации к последующему серийному изготовлению.

Квалификация технологии нанесения ЭИП проведена в полном объеме. Выпущен и утвержден в МО ИТЭР Отчет о квалификации ЭИП. В ходе квалификации были проведены дополнительные исследования о влиянии возможных включений на функциональные свойства ЭИП. Даны рекомендации по корректировке критериев приемки в процедуре визуального контроля до этапа серийного производства.

Для технологии нанесения АФП/АСП проведены квалификационные испытания, выпущены и утверждены в МО ИТЭР соответствующие отчеты. Проводятся квалификационные ресурсные испытания на полномасштабных прототипах элементов ВКК. Предварительные результаты испытаний позволяют выявить возможные пути усовершенствования процессов изготовления ВКК до этапа серийного производства (в том числе выделить АСП в качестве отдельного покрытия).

Разрабатываемое АСП также должно пройти квалификацию и утверждение в МО ИТЭР для применения в последующем серийном производстве.

Выполненные работы проведены в рамках договора АО «НИКИЭТ» с Домашним Агентством РФ (Частным Учреждением «Проектный центр ИТЭР», г. Москва), государственных контрактов с ГК «Росатом» от 11.05.2021 г. № Н.4а.241.19.21.1038, от 14.02.2022 № Н.4а.241.19.22.1123 и от 18.01.2023 № Н.4а.241.19.23.1014 и являются обязательным этапом разработки и изготовления компонентов реактора ИТЭР.

Список литературы

1. Анализ свойств Анализ свойств газотермических покрытий: [учеб. пособие]: в 2 ч. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2016.
2. Ульяницкий В.Ю., Батраев И.С., Штерцер А.А. Детонационные покрытия из оксидов// Упрочняющие технологии и покрытия. 2015. №9. С. 37–44.
3. Vaughan Thompson, Russell Eaton, Rene Raffray, Konstantin Egorov. Properties of low friction anti-seize coating for fusion applications // Fusion Engineering and Design 2015. № 9. С. 37–44.
4. S. Khomiakov, I. Poddubnyi, V. Kolganov, A. Zhmakin, E. Parshutin, I. Danilov, Yu. Strebkov, K. Skladnov, D. Vlasov, A. Cheburova, A. Romannikov, R. Raffray, K. Egorov, Ph. Chappuis, S. Sadakov, B. Calcagno, R. Roccella. ITER blanket module connectors. Design, analysis and testing for procurement arrangement// Fusion Engineering and Design 109–111 (2016). С. 261–266.
5. И.И. Поддубный, В.Ю. Колганов, М.Н. Свириденко, А.Ю. Лешуков, И.В. Данилов, Ю.С. Стребков, И.А. Беляев, Л.В. Ямщикова, Н.А. Лучинкин, Н.Н. Антонов, Д.А. Бирюков. Ударные динамические испытания элементов системы крепления blankets ИТЭР//Научно-технический годовой отчет НИКИЭТ – 2022: сб. статей / под ред. Е.О. Адамова; АО «НИКИЭТ». – М.: Изд-во АО «НИКИЭТ», 2022. – 348 с. (С. 243–246).
6. Ю.Д. Гамбург Гальванические покрытия. Справочник по применению Москва: Техносфера, 2006. 216с. ISBN 5-94836-079-2.