

Е.В. СМЕРНОВА^{1,3*}, О.С. МЕДВЕДЕВ^{1,2}, А.Г. РАЗДОБАРИН^{1,3},
Д.И. ЕЛЕЦ^{1,2,3}, Л.А. СНИГИРЕВ^{1,3}, А.А. ЛЕВИН¹

¹Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва

³Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург
*evsmirnova@mail.ioffe.ru

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПЛЁНОК ВОЛЬФРАМА ПРИ ОСАЖДЕНИИ В АТМОСФЕРЕ ДЕЙТЕРИЯ

Одной из наиболее острых проблем будущих термоядерных реакторов с DT-циклом является накопление трития в материалах первой стенки, что значительно ограничивает возможный срок эксплуатации установки. Благодаря сочетанию физических свойств вольфрам предполагается использовать в качестве конструкционного материала дивертора и облицовки первой стенки вакуумного объёма международного экспериментального термоядерного реактора ITER [1]. Из-за высоких тепловых нагрузок происходит распыление взаимодействующей с плазмой вольфрамовой облицовки, что естественным образом приводит к появлению переосажденных плёнок вольфрама преимущественно в диверторе. В работе [2] показано, что количество дейтерия в переосажденных плёнках в 10–20 раз превышает накопление в объёме для поликристаллического вольфрама. Переосаждённые плёнки имеют отличные от объёмного материала физические и химические свойства [2]. Структура плёнок может быть, как кристаллической, так и аморфной, что в значительной степени будет сказываться на накоплении изотопов водорода. В связи с этим необходимы дополнительные исследования структуры переосажденных плёнок вольфрама при различных условиях осаждения и её взаимосвязь с накопленным количеством изотопов водорода.

В представленной работе детально изучаются структурные свойства плёнок вольфрама, осаждённых методом импульсного лазерного осаждения (PLD) в атмосфере дейтерия. Данный метод обладает потенциалом для осаждения плёнок с различной морфологией и структурой [3]. Исследована зависимость структуры плёнок вольфрама от рабочего давления дейтерия методами сканирующей электронной микроскопии (SEM), атомно-силовой микроскопии (AFM) и рентгеноструктурного анализа (XRD).

Для осаждения плёнок вольфрама использовался твердотельный лазер Nd:YAG с длиной волны 1064 нм, энергией в импульсе 1,4 Дж, длительностью импульса 12 нс и частотой следования импульсов 10 Гц. Лазерное излучение

фокусировалось на вольфрамовой мишени для обеспечения плотности энергии ~ 25 Дж/см². Вольфрамовая мишень вращалась со скоростью 1,4 об/с. В качестве подложки для осаждения вольфрамовых плёнок использовался монокристаллический кремний [001] толщиной 300 мкм, расположенный на расстоянии 5 см от вольфрамовой мишени. Осаждение тонких вольфрамовых плёнок проводилось в вакуумной камере, которая откачивалась турбомолекулярным насосом до базового давления $1 \cdot 10^{-4}$ Па. Для улучшения адгезии плёнок предварительно осаждался подслей чистого вольфрама, после чего в камеру подавался дейтерий до рабочего давления 10–300 Па.

На Рисунке 1 представлены микрофотографии вольфрамовой плёнки в зависимости от рабочего давления газа. На микроснимках с полем зрения 200x150 мкм видно, что плёнки вольфрама однородные и макро-дефекты (капли, кратеры) единичны при всех давлениях дейтерия в камере. При большем увеличении (поле зрения 4x3 мкм) заметно, что с ростом давления морфология плёнок вольфрама сохраняет характерную для кристаллических плёнок контрастную структуру и не наблюдается перехода в аморфное состояние. А при увеличении давления до 300 Па происходит значительное уменьшение размера кристаллитов.

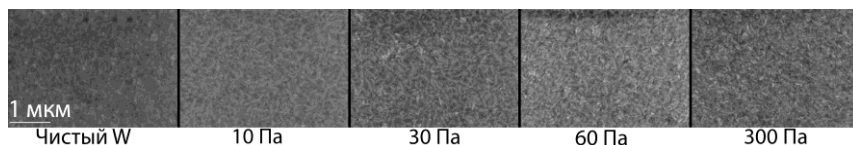


Рисунок 1 – Микрофотографии плёнок вольфрама, осаждённых при различном давлении дейтерия

На Рисунке 2 представлены топологические карты АСМ. При подаче дейтерия появляются ярко выраженные границы кристаллитов вольфрама. Так же, как и на СЭМ микрофотографиях, наблюдается выраженное уменьшение кристаллитов при 300 Па. В Таблице 1 представлена средняя шероховатость осаждённых плёнок вольфрама. При увеличении давления дейтерия наблюдается постепенное увеличение шероховатости, и для 300 Па её значение увеличивается в два раза по сравнению с плёнкой чистого W.

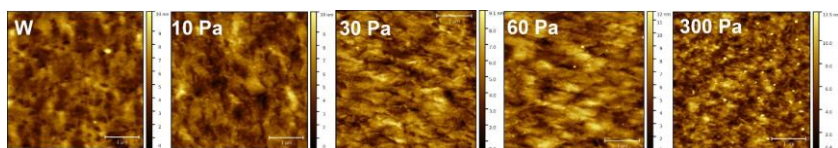


Рисунок 2 – Топологические карты атомно-силового микроскопа

Таблица 1 – Значения шероховатости поверхности плёнок, осаждённых при разном давлении дейтерия

Рабочее давление, Па	$1 \cdot 10^{-4}$	10	30	60	300
Средняя шероховатость, нм	0,29	0,36	0,43	0,56	0,62

Анализ дифрактограмм проводился в модели двух кубических W фаз (p1 и p2) в плёнке с несколько разными параметрами элементарной ячейки (табл. 2). Фаза p1 соответствует преимущественной ориентации плёнки W вдоль кристаллографического направления $[110]$. Фаза p2 – соответствует меньшей доле кристаллитов W, расположенных случайным образом относительно поверхности плёнки. Стоит отметить, что весовое количество фазы p2 возрастает от 0.1% при 10 Па до 1.8% при 300 Па. Размер зёрен уменьшается с 250 нм до 100 нм при увеличении давления D_2 .

Таблица 2 – Результаты расчётов параметров кубической элементарной ячейки и параметров микроструктуры в предположении наличия двух фаз W в плёнках (a – параметр решётки, q – весовая доля фаз, D – размер кристаллитов, e_s – микродеформации)

p, Па	фаза	a, Å	q, wt. %	D, nm	e_s , %
$1 \cdot 10^{-4}$	p1	3.1718	99.52	444	0.47
	p2	3.1721	0.48	-	0.615
10	p1	3.1700	99.90	-	0.471
	p2	3.1718	0.10	177	0.49
30	p1	3.1728	99.75	239	0.486
	p2	3.1719	0.25	-	0.54
60	p1	3.1729	99.97	203	0.517
	p2	3.1729	0.03	-	0.58
300	p1	3.1740	98.16	95	0.617
	p2	3.1838	1.84	-	0.93

В данной работе при плотности энергии ~ 25 Дж/см² с ростом давления дейтерия наблюдается уменьшение размера кристаллитов без достижения

аморфной структуры. При увеличении давления рабочего газа распыляемые частицы мишени теряют кинетическую энергию, что влияет на морфологию и структуру осаждаемых плёнок – уменьшение размера кристаллитов и увеличение шероховатости поверхности, как показано в работе [4]. Другим фактором влияющим на структуру плёнок является наличие примесей в осаждаемой плёнке, захваченных из остаточных газов в камере. В работе [5] показано, что при увеличении скорости напыления уменьшается количество захваченных примесей, а именно кислорода и азота. Вероятно эти два фактора, скорость осаждения и давление остаточных газов в камере, являются определяющими факторами для структуры осаждаемых плёнок.

В работе [2] показано, что различие структуры плёнок критически влияет на накопление изотопов водорода при его имплантации, так как они преимущественно захватываются на границах зёрен, дислокациях и других дефектах кристаллической структуры. На следующих этапах нашей работы будет исследована взаимосвязь структуры плёнок и содержания в них дейтерия при соосаждении в атмосфере D_2 .

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда 22-12-00360, <https://rscf.ru/project/22-12-00360/>

Литература

- [1] Merola M., “Memo on Armour Material for the Blanket First Wall,” 2023.
- [2] M. H. J. ’t Hoen et al., “Deuterium retention and surface modifications of nanocrystalline tungsten films exposed to high-flux plasma,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 463, 2015, doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.11.025.]
- [3] Dellasega D. et al. Nanostructured and amorphous-like tungsten films grown by pulsed laser deposition // *Journal of Applied Physics*. – 2012. – Т. 112. – №. 8.].
- [4] Irissou E. et al. Nanostructured gold thin films prepared by pulsed laser deposition // *Journal of materials research*. – 2004. – Т. 19. – №. 3. – С. 950-958.
- [5] Андреев С. В., Губанова Л. А., Путилин Э. С. Оптические покрытия // СПб: СПбГУ ИТМО. – 2006.