

О.С. МЕДВЕДЕВ<sup>1,2\*</sup>, А.Г. РАЗДОБАРИН<sup>1,3</sup>, А.М. ДМИТРИЕВ<sup>1,3</sup>,  
Д.И. ЕЛЕЦ<sup>1,2,3</sup>, Е.Е. МУХИН<sup>1,3</sup>, В.С. ЕФИМОВ<sup>2</sup>, А.А. ЛЕВИН<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

<sup>3</sup>Санкт-Петербургский государственный университет

\*o.medvedev@mail.ioffe.ru

## ОСАЖДЕНИЕ ПЛЁНОК ВОЛЬФРАМА МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ

Благодаря сочетанию физических свойств вольфрам (W) был выбран в качестве материала для наиболее теплонагруженных элементов в токамаке ИТЭР, а именно для дивертора, на который приходится экстремальные тепловые нагрузки [1]. Характеристики W в качестве материала первой стенки были продемонстрированы в нескольких токамаках, а также в лабораторных экспериментах [2,3]. Однако взаимодействие плазмы со стенкой приводит к распылению и переосаждению W в области дивертора или к смешиванию W с другими примесями плазмы (такими как азот) и образованию комплексных осадений поверх конструкционных материалов реактора. Переосаждаемые слои обычно характеризуются различной морфологией, структурой, составом и толщиной и чаще всего отличаются по физико-химическим свойствам от объёмных материалов. Как исходные материалы первой стенки, так и переосаждаемые слои подвержены облучению низкоэнергетическими (десятки эВ) интенсивным потоком частиц (до  $\sim 10^{24} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$ ) в области дивертора, что в свою очередь также может влиять на структуру осадений. Для объёмных вольфрамовых изделий при воздействии плазмы показано формирование различной морфологии в зависимости от ориентации зёрен и также наноразмерных пузырей [4]. Изучение особенностей осажённых слоёв W методом лазерной абляции (PLD) и их последующее облучённые дейтериевой плазмой продемонстрировано в работах [5, 6]. Изменение структуры W осадений в наномасштабе могут иметь важное влияние на процессы взаимодействия плазмы со стенкой в токамаках и способности плёнок к накоплению изотопов водорода. Было показано, что структура плёнки значительно влияет на способность к накоплению изотопов водорода [7]. Однако не смотря на значительный объём работ, проведённых в данном направлении, остаётся ряд вопросов по возможности управления структурой осаждаемой плёнки подачей дополнительного смещения на подложку и использование режимов

плазменного ассистирования, которые позволят расширить возможности управления структурой плёнки W и насыщением её изотопами водорода.

В данной работе осаждение плёнок W осуществлялось методом импульсного лазерного осаждения (PLD), который является одним из наиболее универсальных методов физического осаждения (PVD), с помощью которого можно наносить как моно-, так и многоэлементные плёнки, а также воспроизводить сложную или необычную стехиометрию. Для реализации данного метода была разработана вакуумная камера, обеспечивающая подвод лазерного излучения на вращающуюся вольфрамовую мишень (ВА 99,9%). В данной работе использовался твердотельный лазер (Nd-YAG) с длиной волны 1064 нм, плотность энергии на мишени составляла  $\sim 10$  Дж/см<sup>2</sup>, рабочий вакуум в камере составлял  $2\cdot 3\cdot 10^{-3}$  Па. Для насыщения плёнок вольфрама использовался дейтерий (99,9%), что позволяет в последствии отделить водород в исходной мишени вольфрама и/или атмосфере от изотопа водорода внедряемого при осаждении плёнки. Для исследования влияния атмосферы дейтерия и выбора оптимальных условий осаждения гидрированных вольфрамовых плёнок была создана серия плёнок при давлении дейтерия 3, 10, 30 и 100 Па.

На рис.1 представлены микрофотографии плёнок W со сканирующего электронного микроскопа, полученных лазерной абляцией в вакууме  $2.5\cdot 10^{-3}$  Па (а) и в атмосфере дейтерия с давлением 3 Па и 10 Па (б), 30 Па (в) и 100 Па (г). Из представленных микрофотографий отчётливо наблюдается изменение структуры плёнок от аморфной к кристаллической и снова к аморфной по мере повышения давления. Более подробное описание влияния давления дейтерия на структуру плёнок будет представлено в докладе.

Для определения количества накопленного дейтерия в осаждённых плёнках использовалась термодесорбционная масс-спектрометрия (ТДС). Поток десорбции молекулярного дейтерия для осаждённых плёнок W в атмосфере дейтерия представлен на рис. 2. С увеличением давления дейтерия от 3 до 30 Па в камере растёт и количество захваченного дейтерия. Исключением является плёнка 100 Па, которая в действительности является оксидом вольфрама и сравнение её свойств по накоплению водорода не объективно с плёнками 3, 10 и 30 Па. Из особенностей ТДС спектров можно выделить то, что в случае плёнки 3 Па преобладает высокотемпературный пик 570 К, а с повышением давления до 10 и 30 Па начинает явно преобладать низкотемпературный пик 470 К.

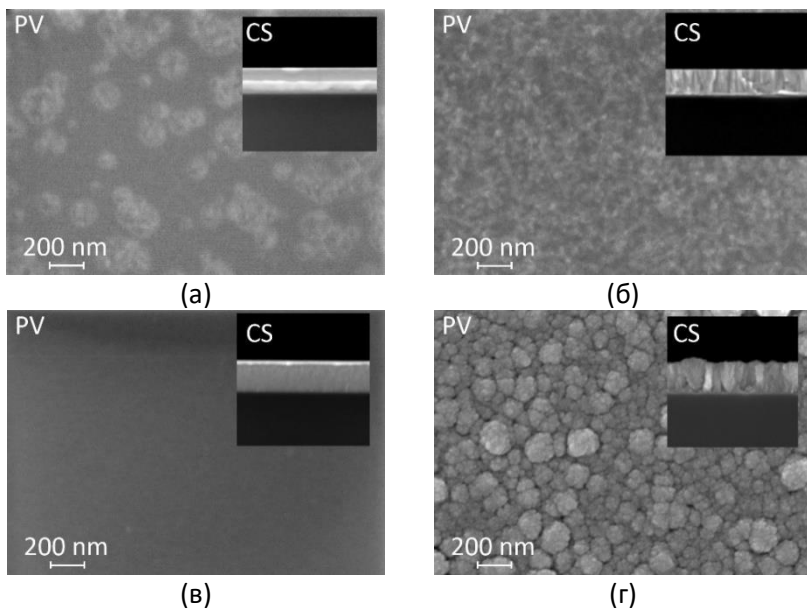


Рисунок 1 – Микрофотографии (вид сверху (PV) и поперечный срез (CS)) плёнок W, осажденных при различных давлениях дейтерия. (а) –  $2.5 \cdot 10^{-3}$  Па, (б) 3 и 10 Па, (в) 30 Па и (г) 100 Па

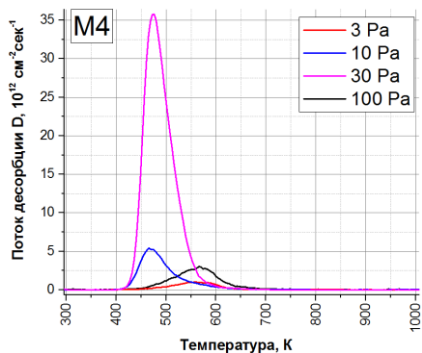


Рисунок 2 – Поток десорбции молекул дейтерия из осажденных при разных давлениях пленок W

В качестве дальнейшего усовершенствования метода лазерной абляции в нашей лаборатории ведутся работы по использованию возможности подачи дополнительного потенциала на подложку, а также осаждение в атмосфере дейтерия с плазменным ассистированием, первые результаты данных экспериментов также будут представлены в докладе. Данный цикл работ позволит проанализировать механизмы управления структурой осаждаемых плёнок методом PLD, и как следствие возможностью накопления изотопов водорода в данных плёнках.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-12-00360 <https://rscf.ru/project/22-12-00360/>

### **Литература:**

- [1] O. Gruber, et al., Compatibility of iter scenarios with full tungsten wall in asdex upgrade, *Nuclear Fusion* 49 (11) (2009) 115014.
- [2] R. Neu et al., Tungsten experiences in ASDEX upgrade and JET, in: 2013 IEEE 25th Symposium on Fusion Engineering (SOFE). IEEE, 2013.
- [3] S. Brezinsek, et al., Plasma–wall interaction studies within the EUROfusion consortium: progress on plasma-facing components development and qualification, *Nuclear Fusion* 57 (11) (2017) 116041.
- [4] M.H.J. ‘t Hoen et al., Surface morphology and deuterium retention of tungsten after low- and high-flux deuterium plasma exposure, *Nuclear Fusion* 54 (8) (2014) 083014.
- [5] D. Dellasega, et al., Nanostructured and amorphous-like tungsten films grown by pulsed laser deposition, *Journal of Applied Physics* 112 (8) (2012) 084328.
- [6] M. Sala, et. al., Exposures of bulk W and nanostructured W coatings to medium flux D plasmas, *Nuclear Materials and Energy* 24 (2020) 100779
- [7] 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* 463 (2015) 989–992.