

УДК 537.534:621.039

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСАЖДЕНИЯ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ПЛЁНОК НА МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ЗЕРКАЛА

К.Ю. Вуколов, Т.Р. Мухаммедзянов, С.Н. Звонков, Н.Ю. Свечников, В.Г. Станкевич (РНИЦ «Курчатowski институт», Москва, Россия), И.И. Архипов (ИФХЭ им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва, Россия),  
Д. Раджаратнам (Университет Южной Австралии, Аделаида 5095, Австралия)

Изучено осаждение аморфных углеводородных а-C:H/D-плёнок на металлические зеркала во время рабочих импульсов токамака Т-10 и при экспонировании в Ar/D<sub>2</sub>-плазме магнетронного разряда с графитовым катодом в высоковакуумной установке. С помощью ядерно-физических методов исследования и спектроскопии комбинационного рассеяния света проведён анализ состава и электронной структуры полученных плёнок. Оценка толщины и оптических параметров (коэффициентов преломления и поглощения) плёнок сделана с помощью эллипсометрии. Показано, что а-C:H/D-плёнки, полученные в магнетронной установке, являются более мягкими по сравнению с твёрдыми плёнками, обнаруженными в токамаке,  $\rho = 1,2$  и  $1,8$  г/см<sup>3</sup> соответственно. В широком интервале температур скорость осаждения таких мягких плёнок хорошо описывается линейной зависимостью. Добавление метана CHD<sub>3</sub> в исходную газовую смесь Ar/D<sub>2</sub> приводит не только к увеличению скорости осаждения, но и некоторому упорядочению углеродной структуры плёнки, связанному с формированием *sp*<sup>3</sup>-углеродных связей. Полученные результаты могут быть использованы для предотвращения образования углеводородных плёнок на поверхности первых зеркал оптических диагностик ИТЭР.

**Ключевые слова:** осаждение, углеводородные пленки, первое зеркало, токамак Т-10, магнетрон, ИТЭР.

EXPERIMENTAL STUDY OF HYDROCARBON FILM DEPOSITION ON METALLIC MIRRORS. K.Yu. VUKOLOV, T.R. MUKHAMMEDZYANOV, S.N. ZVONKOV, N.Yu. SVECHNIKOV, V.G. STANKEVICH, I.I. ARKHIPOV, D. RAJARATNAM. Deposition of amorphous hydrocarbon a-C:H/D-films on metallic mirrors has been studied during working pulses in tokamak T-10 and at exposure in Ar/D<sub>2</sub> dc magnetron discharge with graphite cathode in a high vacuum setup. Analysis of composition and electronic structure of the films was carried out using nuclear physical methods and Raman spectroscopy. Thickness and optical parameters (refractive index and extinction coefficient) of the films were estimated by ellipsometry. Laboratory a-C:H/D-films can be characterized as soft films in comparison with hard tokamak ones  $\rho = 1.2$  and  $1.8$  g/cm<sup>3</sup>, respectively. For the soft films, a linear dependence of deposition rate on mirror temperature was observed in a wide temperature range. The addition of methane CHD<sub>3</sub> into initial Ar/D<sub>2</sub> magnetron gas mixture leads to an increase of deposition rate and ordering of carbon structure owing to creation of *sp*<sup>3</sup>-carbon bonds. The data obtained should be taken into account to prevent hydrocarbon film formation on the surface of first mirrors for ITER optical diagnostics.

**Key words:** deposition, hydrocarbon films, first mirror, tokamak T-10, magnetron, ITER.

### ВВЕДЕНИЕ

В большинстве современных токамаков наиболее энергонапряженные элементы конструкции, такие, как лимитеры, диафрагмы и диверторные пластины, изготовлены из графитовых композитных материалов [1]. Наряду с прекрасными теплофизическими свойствами эти материалы имеют ряд недостатков. При взаимодействии с водородной плазмой они подвержены химической эрозии и распылению. При этом образуются углеводородные молекулы и радикалы, а также атомарный углерод. Попадая в плазму, эти частицы могут ионизироваться и переноситься магнитным полем по всему объёму вакуумной камеры. В результате соосаждения углеводородных радикалов и атомарного водорода на её стенках, даже в удаленных от плазмы местах, образуются углеводородные плёнки [1, 2]. Сходные процессы транспорта и осаждения углеводородных частиц ожидаются в строящемся в настоящее время в НИЦ Кадараш (Франция) Международном термоядерном экспериментальном реакторе (ИТЭР) [3]. В этом реакторе в системах оптической и лазерной диагностики плазмы для сбора излучения из плазмы предусмотрено использование так называемых «первых зеркал», т.е. зеркал, которые непосредственно «смотрят» на плазму. Осаждение углеводородной плёнки на поверхность такого зеркала может привести к ухудшению оптических характеристик и нарушению работы всего диагностического тракта [4, 5]. К состоянию поверхности диагностических зеркал предъявляются жёсткие требования длительного сохранения оптических характеристик, т.е. большого «времени жизни» зеркала. Поэтому изучение свойств углеводородных плёнок, полученных в условиях, максимально приближенных к условиям ИТЭР, представляет большой научный и практический интерес [6, 7].

В этой работе проведено сравнительное изучение плёнок, обнаруженных в токамаке Т-10 и полученных с применением магнетронного разряда в лабораторных экспериментах по моделированию осаждения углеводородных плёнок на металлические зеркала.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Экспонирование металлических зеркал в токамаке T-10, расположенном в РНЦ «Курчатовский институт», было проведено в 2002 г. Зеркала (три механически полированных образца нержавеющей стали SS316,  $10 \times 10 \times 4$  мм) были закреплены внутри специального металлического цилиндра с крышкой, которая открывалась во время рабочих импульсов и закрывалась на период кондиционирования вакуумной камеры. Цилиндр с образцами был установлен в верхнем патрубке лимитерной секции токамака (диагностическое сечение А) в непосредственной близости от кольцевой графитовой диафрагмы [6]. Зеркала располагали в области интенсивного осаждения углеводородных частиц на расстоянии 22 см от плазмы, в прямой видимости как плазмы, так и лимитера, расположенного в нижнем патрубке этой секции. Основные параметры дейтериевого разряда следующие: электронная температура в центре плазмы  $\leq 1$  кэВ, плотность электронов  $(1-6)10^{19} \text{ м}^{-3}$ , температура ионов 450—700 эВ. Общее время экспозиции в разрядах токамака составило примерно 27 мин (более 1500 импульсов длительностью 1 с). По нашим оценкам, температура образцов во время рабочих импульсов не превышала 350 К.

Кроме нейтралов перезарядки, участие в образовании углеводородных плёнок в верхнем патрубке токамака могли принимать ионы, чему способствовало наличие в этом месте «ямы» тороидального магнитного поля. Во время рабочих импульсов при воздействии высокотемпературной дейтериевой плазмы происходила интенсивная эрозия графитового лимитера. Образовавшиеся углеродные частицы попадали в плазму, ионизировались и могли дрейфовать в градиенте тороидального магнитного поля в вертикальном направлении. Преодолев границу плотной плазмы и двигаясь вдоль линий магнитного поля, такие ионы с энергией в диапазоне 10—100 эВ могли достичь поверхности зеркал и участвовать в формировании твёрдых углеводородных плёнок [6].

Лабораторные эксперименты по моделированию осаждения углеводородных плёнок на зеркала из нержавеющей стали (SS316) и поликристаллического молибдена проводили на высоковакуумной ( $3 \cdot 10^{-5}$  Па) установке, оснащённой планарным магнетроном с графитовым (МПП-8) катодом [8]. Образец размером  $10 \times 10 \times 4$  мм помещали в массивный медный держатель, снабжённый термопарой и омическим нагревателем. Для лучшего теплового контакта его прижимали к держателю с помощью пластины из нержавеющей стали, которая имела прямоугольное отверстие. Только часть зеркальной поверхности была открыта для осаждения. Её закрытую часть использовали как образцовую при проведении оптических измерений и определении толщины плёнки.

Зависимость скорости осаждения углеводородных плёнок от температуры исследовали в диапазоне 313—643 К. В качестве рабочего газа в магнетроне использовали смесь аргона, метана  $\text{CHD}_3$  и дейтерия, которая в определённой пропорции ( $\text{Ar}/\text{D}_2 = 40:60$ ,  $\text{Ar}/\text{CHD}_3/\text{D}_2 = 40:5:55$  или  $\text{Ar}/\text{CHD}_3/\text{D}_2 = 40:35:25$ ) закачивалась в специальный газовый баллон. Состав газовой смеси в рабочей камере контролировали с точностью 5—10% по показаниям масс-спектрометра до и после каждого эксперимента. Давление рабочего газа в камере устанавливали путём подбора скорости поступления и откачки газовой смеси. В отдельных опытах при температуре 363 К показано, что скорость осаждения не зависела от времени экспозиции образца в магнетронном разряде. Таким образом, за время эксперимента, которое составляло 2 ч, состав газовой смеси и, следовательно, условия осаждения существенно не менялись. Основные параметры магнетронного разряда: давление рабочего газа 5 Па, ток разряда 100 мА, потенциал катода  $-370$  В, объём плазмы менее  $1 \text{ см}^3$ . По нашим оценкам, температура и плотность электронов были равны 10 эВ и  $2 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-3}$  соответственно. Образцы располагались на расстоянии 5 см от поверхности катода напротив его центра и находились под плавающим потенциалом. Потенциал образцов относительно земли составлял 30 В.

Соотношение компонентов газовой смеси в магнетроне определяло состав и количество ростовых прекурсоров. По нашим оценкам, физическое распыление графитового катода ионами аргона давало поток  $\sim 1 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$  атомарного углерода со средней энергией около 8 эВ [9]. Частичное разложение метана в низкотемпературной плазме магнетронного разряда, а также химическая эрозия графитового катода атомарным дейтерием могли приводить к появлению дополнительного потока метильных ( $\text{CD}_3$ ,  $\text{CHD}_2$ ) радикалов [10, 11].

Морфологию поверхности полученных плёнок исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Метод Резерфордского обратного рассеяния в комбинации с упругим резонансным рассеянием использовали для определения состава плёнок (включая содержание водорода). Их толщина и

оптические параметры (коэффициенты преломления  $n_f$  и поглощения  $k_f$ ) определены с помощью ручного эллипсометра фирмы Gaertner L119XUV ( $\lambda = 632,8$  нм). Предварительную оценку толщины проводили на профилометре фирмы Tencor Instruments. Спектры отражения зеркал в диапазоне длин волн 190—1100 нм измерены на спектрофотометре Lambda 35 UV/Vis фирмы Perkin-Elmer, оборудованном зеркальной приставкой. Плёнки, полученные методом магнетронного осаждения, исследованы также с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) света. Рамановские спектры получены при возбуждении диодным лазером с длиной волны 785 нм и максимальной мощностью 290 мВ с разрешением  $10 \text{ см}^{-1}$  в интервале волновых чисел (частот)  $200\text{—}2600 \text{ см}^{-1}$  с помощью спектрометра Raman system-R-3000 (США), оснащённого CCD-детектором. В работе представлен анализ высокочастотного участка спектра в диапазоне  $1000\text{—}2600 \text{ см}^{-1}$ , где находятся основные колебательные моды углеродных структур. Полному анализу спектров, включая промежуточный интервал  $200\text{—}1000 \text{ см}^{-1}$ , будет посвящена отдельная статья.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Визуально углеводородные плёнки, полученные в токамаке Т-10 и магнетронной установке, выглядят гладкими и однородными. Исследование поверхности с помощью СЭМ обнаружило на зеркалах из токамака довольно много пыли (рис. 1, а, включения белого цвета), которая, как известно, образуется в таких установках в значительных количествах [12]. На зеркалах, экспонированных в магнетронной установке, количество пыли существенно меньше (рис. 1, б). Заметим, что наличие пыли на поверхности диагностических зеркал ИТЭР может привести к ухудшению их оптических характеристик.

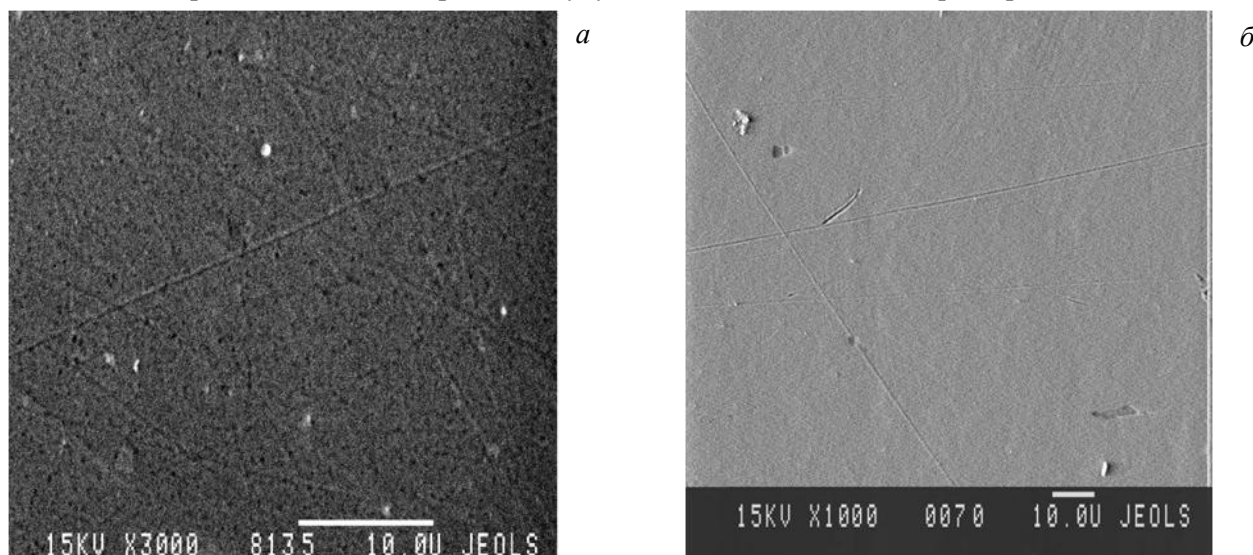


Рис. 1. Морфология поверхности а-С:Н/Д-плёнок на зеркалах из нержавеющей стали (SS316), экспонированных в токамаке Т-10 (а) и магнетронной установке (б) при температуре 350 К

В таблице приведены оптические параметры и некоторые физико-химические свойства исследованных осадков. Плотность плёнок, а также содержание в них водорода были определены из графиков зависимости этих величин от коэффициента преломления, представленных в работе [13]. Выборочно проведённый анализ плёнок на содержание изотопов водорода ядерно-физическими методами в целом подтвердил полученные результаты [6]. На основании приведённых данных можно заключить, что плёнки, полученные в токамаке, содержат меньшее количество водорода и являются более твёрдыми по сравнению с плёнками, полученными в магнетроне. Как отмечалось ранее, это может быть связано с более высокой энергией частиц, принимавших участие в осаждении. Кроме того, степень разложения продуктов

**Некоторые физико-химические свойства а-С:Н/Д-плёнок, осаждённых в токамаке Т-10 и магнетроне на зеркалах из нержавеющей стали (SS316) при температуре около 350 К**

Состав газовой смеси		$n_f$	$k_f$	H/(H+C)	H/C	$\rho, \text{ г/см}^3$
Т-10	D <sub>2</sub>	2,1	0,10	0,35	0,55	1,8
Магнетрон	Ar/D <sub>2</sub> = 40:60	1,69	0,01	0,44	0,8	1,2
	Ar/CHD <sub>3</sub> /D <sub>2</sub> = 40:5:55	1,71	0,02			
	Ar/CHD <sub>3</sub> /D <sub>2</sub> = 40:35:25	1,67	0,01			

эрозии графита в высокотемпературной плазме токамака значительно выше, чем в низкотемпературной плазме магнетронного разряда. Поэтому в потоке частиц, падающих на зеркала, в токамаке могли преобладать углеводородные частицы, содержащие меньшее число атомов водорода (такие, например, как CD, C<sub>2</sub>D и т.д.) по сравнению с метильными (CD<sub>3</sub>, CHD<sub>2</sub>) радикалами, как в случае магнетронного разряда. Согласно [14] плёнки, полученные при участии таких радикалов, содержат меньше водорода и являются более твёрдыми.

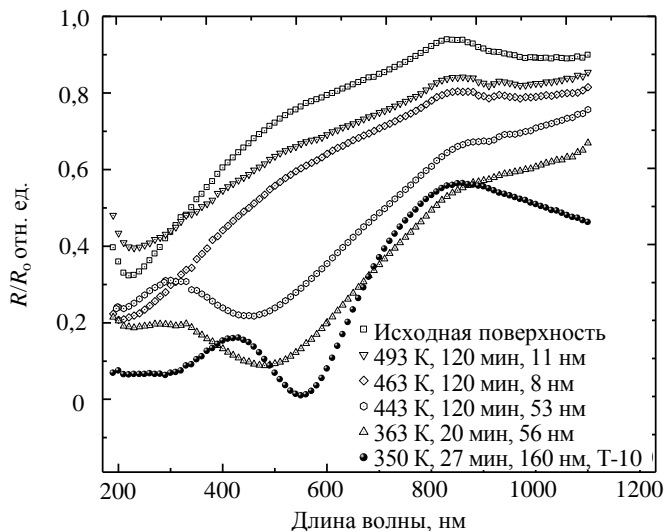


Рис. 2. Влияние температуры осаждения а-С:H/D-плёнок на коэффициент отражения зеркал из нержавеющей стали (SS316)  $R$  при магнетронном напылении (состав рабочей газовой смеси  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:5:55$ ). Для сравнения на рисунке приведён также спектр отражения зеркала после экспозиции в токамаке T-10 при 350 К. Все кривые нормированы на спектр отражения от эталонного алюминиевого зеркала  $R_0$

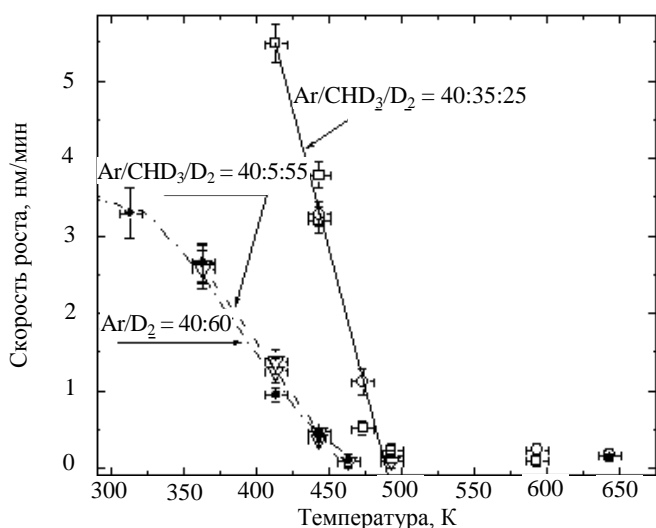


Рис. 3. Зависимость скорости роста плёнок от температуры зеркал из нержавеющей стали (SS316) и молибдена (Mo) при трёх различных составах рабочей газовой смеси магнетрона:  $\circ$  — Mo;  $\square$ ,  $\nabla$ ,  $\bullet$  — SS316

$Ar/D_2 = 40:60$ ), экспериментальные данные хорошо описываются линейной зависимостью, причём скорость роста плёнок не зависит от типа подложки (молибден или нержавеющая сталь). Увеличение концентрации метана в газовой смеси приводит к увеличению скорости осаждения.

Известно, что скорость роста углеводородных плёнок определяется двумя противоположными процессами: независимым от нагрева осаждением плёнок и их травлением атомарным водородом с довольно резкой зависимостью от температуры [16]. По достижении определённой температуры скорость

Влияние температуры осаждения а-С:H/D-плёнок на коэффициент отражения зеркал из нержавеющей стали при магнетронном напылении из смеси  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:5:55$  представлено на рис. 2. Для сравнения на графике приведён спектр зеркала после экспонирования в реальных условиях токамака. Все кривые  $R(\lambda)$  нормированы на спектр отражения от эталонного алюминиевого зеркала  $R_0(\lambda)$ . Видно, что чем выше температура, тем тоньше осаждённая плёнка и меньше её воздействие на отражательную способность зеркала. При температуре 463—493 К толщина осадка минимальна, а полученные спектры наиболее близки к спектру исходного зеркала. Таким образом, нагрев в значительной степени сохраняет оптические характеристики металлических зеркал, подавляя осаждение. Следует, однако, учитывать, что поверхность, не покрытая углеводородной плёнкой, будет подвергаться воздействию потоков химически активных частиц. Недавние эксперименты в диверторе токамака DIII-D показали, что хотя нагрев молибденовых зеркал предотвращал образование углеводородных плёнок, отражательная способность зеркал уменьшалась из-за окисления поверхности [15]. В наших экспериментах также возможно образование окислов и карбидов при повышенных температурах. Поэтому особое внимание в работе было уделено изучению свойств плёнок, образующихся на поверхности зеркал из нержавеющей стали и молибдена, нагретых до 450—643 К.

Зависимость скорости роста углеводородных плёнок от температуры подложки для трёх составов магнетронной газовой смеси приведена на рис. 3. Условно весь температурный диапазон можно разбить на два интервала: низкотемпературный (от 313 до примерно 450 К) и высокотемпературный (от 450 до 643 К). В низкотемпературной области осаждения, начиная с некоторой температуры (например, 363 К для смеси

травления увеличивается настолько, что может полностью подавить осаждение [17, 18]. Таким образом, для каждого состава газовой смеси можно, экстраполировав экспериментальные данные с помощью линейной зависимости до пересечения с осью температур, определить температуру, при которой плёнка имеет скорость роста, равную нулю (так называемая «нулевая скорость роста»). На рис. 3 видно, что с увеличением доли метана в газовой смеси эта температура увеличивается от 460 К (0% метана) до 470 и 490 К для 5 и 35% метана соответственно. Визуальный осмотр зеркал, экспонированных при указанных температурах, показал, что их поверхность все же покрыта тонкой плёнкой, по-видимому, углеродной.

Определение оптических параметров углеродных плёнок проводилось с помощью эллипсометрии. На рис. 4 представлена зависимость коэффициентов преломления и поглощения плёнок, полученных из газовой смеси с 35% метана, от температуры. Видно, что до 490 К на поверхности зеркал из нержавеющей стали и молибдена формировались плёнки, имеющие примерно одинаковый коэффициент преломления ( $n_f = 1,7$ ). Коэффициент поглощения  $k_f$  этих плёнок линейно увеличивался с ростом температуры от 0,006 до 0,1. Такие плёнки содержат много водорода ( $H/C \sim 1$ ) и относятся к так называемым «мягким» плёнкам, которые обычно образуются при энергии частиц менее 50 эВ [2]. Увеличение коэффициента поглощения с ростом температуры обычно связывают с увеличением степени графитизации таких плёнок [2]. При температуре 490 К, которая примерно соответствует температуре «нулевой скорости осаждения», и коэффициенте поглощения около 0,1 обнаружено резкое падение коэффициента преломления плёнок до величины 1,2. Такие оптические параметры могут соответствовать формированию на поверхности зеркала какой-то особой углеводородной плёнки с очень малым содержанием водорода.

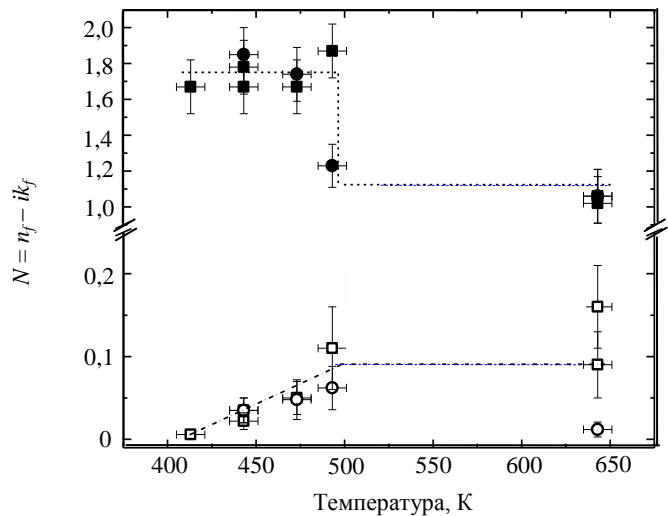


Рис. 4. Зависимость коэффициентов преломления  $n_f$  (■ — SS316; ● — Mo) и поглощения  $k_f$  (□ — SS316; ○ — Mo) а-С:Н/Д-плёнок от температуры осаждения при магнетронном напылении из газовой смеси  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:35:25$

По мнению некоторых исследователей [2, 10], сопротивляемость плёнок температурно-активированному травлению атомарным водородом во многом зависит от структуры плёнки, которая, в свою очередь, определяется типом формирующихся во время осаждения углеродных связей. Поэтому с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света была изучена электронная структура полученных плёнок. На рис. 5 показаны спектры КР углеводородных плёнок, полученных магнетронным напылением на зеркала из нержавеющей стали в диапазоне температур 363—643 К при различных составах газовой смеси ( $Ar/D_2 = 40:60$ ,  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:5:55$  и  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:35:25$ ). Для сравнения на рисунке приведен спектр графита МПГ-8, который использовали в магнетроне в качестве материала катода.

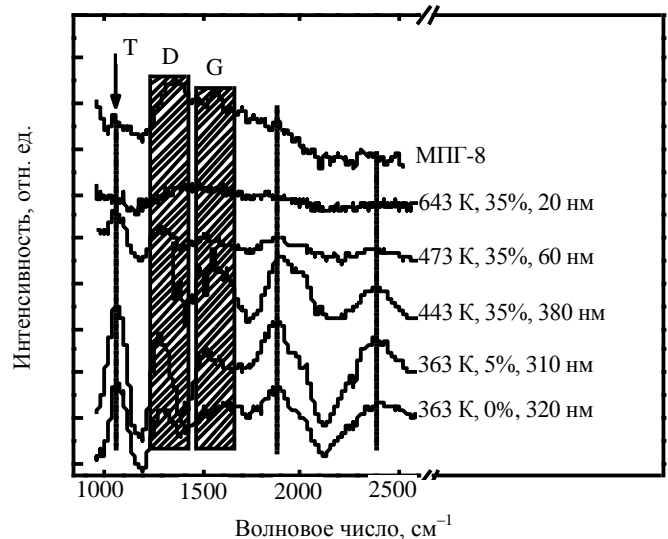


Рис. 5. Спектры КР ( $\lambda_{возб} = 785$  нм) графита МПГ-8 и углеводородных плёнок, полученных в магнетроне. Напротив каждого спектра приведены температура осаждения, концентрация метана в газовой смеси магнетрона и её толщина. Пик  $T$  на частоте  $1060$   $cm^{-1}$  появляется в спектрах КР при существовании в графите углеродных  $sp^3$ -связанных состояний. Полосы  $D$  и  $G$ , которые находятся около частот  $1560$  и  $1360$   $cm^{-1}$ , характерны для упорядоченных и разупорядоченных графитовых структур соответственно

Рамановские спектры исследованных плёнок и графита МПГ-8 показали наличие так называемых G- и D-полос, которые находятся около  $1560$  и  $1360$   $cm^{-1}$  соответственно (см. рис. 5), а также  $T$ -пика при  $1060$   $cm^{-1}$ . G-полоса характерна для упорядоченного графита, для которого она представляет довольно узкий пик, обусловленный растягивающимися колебаниями пар углеродных атомов с  $sp^2$ -гибридизированными валентными связями

симметрии  $E_{2g}$ , причём атомы могут образовывать как C=C-цепочки, так и бензольные кольца. Уменьшение размеров областей упорядочения может приводить к небольшому сдвигу и уширению G-полосы. D-полоса возникает у микрокристаллических и разупорядоченных графитов. Она вызвана колебательными, так называемыми «дышащими»,  $sp^2$ -модами углеродных атомов симметрии  $A_{1g}$  только в бензольных кольцах. Отношение интегральных интенсивностей D- и G-полос ( $I_D/I_G$ ) может служить для оценки линейных размеров кристаллитов, а также степени упорядочения (графитизации) в разупорядоченных графитовых структурах, например, по мере роста температуры отжига. Пик  $T$  обычно хорошо виден при возбуждении графита лазером с меньшей, чем в нашем случае, длиной волны и относится к наличию в графите углеродных  $sp^3$ -связанных состояний [19].

При сравнительно низких температурах (до 450 К) с ростом доли метана в рабочей смеси несколько увеличивается интенсивность  $T$ -пика (см. рис. 5). Более чёткими становятся D- и G-моды, причём D-мода сдвигается в область меньших частот по отношению к графиту МПГ-8. Таким образом, с увеличением концентрации метана в рабочей смеси наблюдается тенденция к упорядочению графитовой структуры плёнок.

Влияние температуры осаждения на форму и характер спектров КР углеводородных плёнок выражено более ярко, чем зависимость от состава рабочего газа. С ростом температуры обнаружено значительное уменьшение интенсивности  $T$ -пика, а также уменьшение отношения  $I_D/I_G$ . При температуре 473 К спектры плёнок становятся заметно менее структурированными. Наконец, при 643 К происходит превращение D- и G-моды, а также мод около 1900 и 2400  $cm^{-1}$ , которые относятся к модам второго порядка и связаны с разупорядочением графитовой структуры, в одну широкую слабоструктурированную кривую, типичную для аморфной структуры. Кроме того, отсутствие  $T$ -пика, а также размытые D- и G-полосы указывают на сильную аморфизацию плёнок при 643 К и преобладание в них  $sp^2$ -углеродных связей. Согласно классификации а-С:Н-плёнок, представленной в работе [19], относительный вклад  $sp^2$ -структуры в таких плёнках может достигать 70%, причём в значительной степени за счет C=C-цепочек.

Таким образом, тенденция к упорядочению графитовой структуры плёнок, наблюдаемая при добавлении метана в рабочую газовую смесь магнетрона (возможно, из-за увеличения доли метильных  $sp^3$ -ростовых прекурсоров в потоке частиц, падающих на плёнку), не проявляется при повышенных температурах осаждения. Начиная с 450 К происходит формирование аморфных углеводородных плёнок, имеющих преимущественно электронную  $sp^2$ -структуру связей даже при использовании высоких (35%) концентраций метана в газовой смеси. По-видимому, такая структура плёнок позволяет им противостоять травлению атомарным водородом, по крайней мере, до температуры 643 К.

В работе [20] при температурах выше 500 К также были обнаружены углеводородные плёнки, стойкие к химической эрозии под действием атомов водорода при осаждении из метановой плазмы электронно-циклотронного разряда. Осаждение происходило на кремниевые монокристаллические пластины, предварительно покрытые твёрдой углеводородной плёнкой. Полученные плёнки оказались более твёрдыми по сравнению с плёнками, формировавшимися при низких температурах. Чтобы изучить влияние материала подложки на тип плёнок, образующихся при повышенных температурах в наших условиях осаждения, был проведён дополнительный эксперимент. Осаждение из газовой смеси  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:5:55$ , как и в работе [20], было проведено на поверхность твёрдой углеводородной плёнки ( $n_f = 2,1$ ,  $k_f = 0,11$ ) на кремниевой подложке. Обнаружено, что двухчасовая экспозиция образца при температуре 493 К, когда, по нашим оценкам, скорость эрозии должна быть несколько больше скорости осаждения, привела к изменению цвета плёнки с золотистого на ярко-зеленый. Оценка толщины в рамках двухслойной модели показала, что сверху исходной твёрдой плёнки толщиной 290 нм выросла другая, более мягкая ( $n_f = 1,65$  и  $k_f = 0,17$ ) плёнка толщиной около 115 нм. Напомним, что толщина плёнки при осаждении на металлические зеркала в этих условиях составляла примерно 10 нм. Интересно, что оптические параметры полученной плёнки очень близки к оптическим параметрам плёнок, осажденных при этой температуре из газовой смеси с более высоким процентом метана (35%, см. рис. 2). Ранее нами были проведены эксперименты по осаждению углеводородных плёнок на зеркальную поверхность кремниевых монокристаллических пластин. Они также показали повышенную скорость роста углеводородных осадков по сравнению с металлическими зеркалами. Таким образом, выше температуры «нулевой скорости роста» имеет место сильная зависимость скорости осаждения и структуры углеводородных плёнок от материала подложки (металл, кремний или твёрдая углеводородная плёнка). Так как механизм этого явления до конца не ясен [21], необходимы дополнительные исследования в этом направлении.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено сравнение углеводородных плёнок, полученных в токамаке Т-10 во время рабочих импульсов и при моделировании процесса осаждения в ИТЭР с помощью магнетронной установки. Показано, что плёнки, осаждённые в магнетроне, являются более мягкими по сравнению с плёнками, образовавшимися в токамаке. В первую очередь, это связано, по-видимому, с меньшей энергией частиц, участвовавших в осаждении.

Показано, что с возрастанием концентрации метана в газовой смеси магнетрона несколько увеличивается скорость роста плёнок, а также происходит некоторое упорядочение углеродной структуры за счёт образования углеродных  $sp^3$ -связанных состояний. В то же время в формировании структуры плёнок температура осаждения остаётся решающим фактором. При температурах выше 450 К все плёнки имели ярко выраженную аморфную структуру с преобладанием  $sp^2$ -углеродных связей.

В широком интервале температур экспериментальные данные по осаждению в магнетронной установке можно аппроксимировать с помощью линейной зависимости. Точка пересечения такой линии с осью температур даёт значение температуры «нулевой скорости роста» плёнки. Для трёх составов использованной газовой смеси ( $Ar/D_2 = 40:60$ ,  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:5:55$  и  $Ar/CHD_3/D_2 = 40:35:25$ ) она лежит в довольно узком интервале температур 450—500 К. Нагрев зеркал до температуры «нулевой скорости роста» можно рекомендовать для защиты зеркал от осаждения в оптических диагностиках ИТЭР.

Обнаружена зависимость скорости роста углеводородных плёнок от материала зеркала (нержавеющая сталь, молибден, кремний и кремний, покрытый твёрдой углеводородной плёнкой). Минимальная температура «нулевой скорости роста» (450—500 К) при толщине плёнок  $\sim 10$  нм была обнаружена на металлических зеркалах. При этом следует помнить, что в условиях нагрева до 500 К существует опасность модификации приповерхностного слоя зеркала из-за образования окислов и карбидов. Поэтому выбор материала зеркала, способного работать при повышенных температурах, химически стойкого к агрессивному воздействию потоков атомарного водорода, углерода и углеводородных радикалов, очень важен для надёжной работы оптических диагностик ИТЭР.

## REFERENCES

1. **Tsitrone E.** — J. Nucl. Mater., 2007, vol. 363—365, p. 12.
2. **Jacob W.** — J. Nucl. Mater., 2005, vol. 337—339, p. 839.
3. **Roth J., Tsitrone E., Loarte A. et al.** — J. Nucl. Mater., 2009, vol. 390—391, p. 1.
4. **Litnovsky A., Voitsenya V.S., Costley A., Donn'e A.J.H.** — Nucl. Fusion, 2007, vol. 47, p. 833.
5. **Kotov V., Litnovsky A., Kukushkin A., Reiter D., Kirschner A.** — J. Nucl. Mater., 2009, vol. 390—391, p. 528.
6. **Vukolov K.Yu., Guseva M.I., Evstigneev S.A., Medvedev A.A., Zvonkov S.N.** — Plasma Devices and Operations, 2004, vol. 12, p. 193.
7. **Svechnikov N.Yu., Stankevich V.G., Lebedev A.M., Menshikov K.A., Kolbasov B.N., Guseva M.I., Vukolov K.Yu. et al.** — Fusion Engineering and Design, 2005, vol. 75—79, p. 339.
8. **Rogov A.V., Vukolov K.Yu.** — VANT. Ser.Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2005, issue 1, pp. 9—25 (in Russian).
9. **Vukolov K.Yu., Danelyan L.S., Zvonkov S.N., Medvedev A.A., Mukhamedzyanov T.P., Pksaykin V.V., Zatekin V.V., Kulikauskas V.S.** — VANT. Ser.Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2006, issue 4, pp. 21—34 (in Russian).
10. **Von Keudell A.** — Plasma Sources Sci. Technol., 2000, vol. 9, p. 455.
11. **Möller W.** — Thin Solid Films, 1993, vol. 228, p. 319.
12. **Martynenko Yu.V., Nagel M.Yu.** — VANT. Ser.Termoyadernyi sintez (Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Thermonuclear Fusion), 2009, issue 3, pp. 43—48 (in Russian).
13. **Schwarz-Selinger T., von Keudell A., Jacob W.** — Appl. Phys. Lett., 1999, vol. 86, № 7, p. 3988.
14. **Von Keudell A., Jacob W.** — J. Appl. Phys., 1996, vol. 79, p. 1092.
15. **Litnovsky A., Wienhold P., Philipps V. et al.** — J. Nucl. Mater., 2007, vol. 363—365, p. 1395.
16. **Jacob W.** — Thin Solid Films, 1998, vol. 326, p. 1.
17. **Gorodetsky A.E., Zalavutdinov R.Kh., Zakharov A.P. et al.** — J. Nucl. Mater., 2005, vol. 337—339, p. 892.
18. **Gorodetsky A.E., Zalavutdinov R.Kh., Bukhovets V.L., Vnukov S.P., Zakharov A.P.** — Russian J. of Physical Chemistry A, 2008, vol. 82, № 13, pp. 2340—2345.
19. **Ferrari A.C., Robertson J.** — Phys. Rev. B, 2000, vol. 61 (20), pp. 14095—14106.
20. **Von Keudell A., Schwarz-Selinger T., Meier M., Jacob W.** — Appl. Phys. Lett., 2000, vol. 76, p. 676.
21. **Temmerman G.De., Pitts R.A., Voitsenya V.S. et al.** — J. Nucl. Mater., 2007, vol. 363—365, p. 1395.

### AUTHORS

**Vukolov K.Yu.** RRC «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia; vukolov@nfi.kiae.ru

**Mukhammedzyanov T.R.** RRC «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia

**Zvonkov S.N.** RRC «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia

**Svechnikov N.Yu.** RRC «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia

**Stankevich V.G.** RRC «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russia

**Arkhipov I.I.** A.N. Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry RAS, Leninsky prospect 31, 119071 Moscow, Russia; arkipov@ipc.rssi.ru

**Rajaratnam D.** South Australia University, Adelaide 5095, Australia; PhDRaja.Dharmarajan@unisa.edu.au

Received 17 March 2010

Problems of Atomic Science and Technology  
Ser. Thermonuclear Fusion, 2010, issue 4, pp. 13—19.