

## МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПЛЁНКИ

PACS numbers: 07.60.Hv, 68.35.Ct, 68.37.Hk, 78.20.Ci, 81.10.Jt, 81.40.Tv, 81.70.Fy

### Роль рекристаллизации вольфрама в формировании шероховатости его поверхности под влиянием последовательного воздействия нейтронов и распыления

А. И. Беляева\*, А. А. Галуза<sup>\*,\*\*</sup>, И. В. Колонов<sup>\*\*,\*\*\*</sup>, А. А. Савченко\*

\**Национальный технический университет  
«Харьковский политехнический институт»,  
ул. Кирпичёва, 21,  
61002 Харьков, Украина*

\*\**Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины,  
ул. Чернышевского, 28,  
61002 Харьков, Украина*

\*\*\**Институт радиофизики и электроники им. А. Я. Усикова НАН Украины,  
ул. Академика Проскуры, 12,  
61085 Харьков, Украина*

Экспериментально изучена модификация структуры поверхности и изменение оптических свойств двух типов вольфрама (W-IG и W-rc) при воздействии факторов, имитирующих условия работы в Международном экспериментальном термоядерном реакторе (ИТЭР): последовательное воздействие нейтронов и атомов перезарядки (распыление). Впервые доказано, что рекристаллизация W-IG приводит к стабилизации структуры его поверхности и, как следствие, оптических характеристик. Проведённые комплексные исследования радиационных превращений поверхно-

Corresponding author: Alla Ivanivna Belyaeva  
E-mail: aibelyaeva@mail.ru

\**National Technical University 'Kharkiv Polytechnic Institute',  
21 Kurpychov Str., 61002 Kharkiv, Ukraine*

\*\**Institute of Electrophysics and Radiation Technologies, N.A.S. of Ukraine,  
28 Chernyshevsky Str., 61002 Kharkiv, Ukraine*

\*\*\**O. Ya. Usikov Institute for Radiophysics and Electronics, N.A.S. of Ukraine,  
12 Academician Proskura Str., 61085 Kharkiv, Ukraine*

Please cite this article as: A. I. Belyaeva, O. A. Galuza, I. V. Kolenov, and A. O. Savchenko, Role of Recrystallization of Tungsten in Formation of a Roughness of Its Surface Under Influence of Successive Action of Neutrons and Sputtering, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **38**, No. 8: 1077–1102 (2016), DOI: 10.15407/mfint.38.08.1077.

сти позволили выяснить физические механизмы её эрозии под влиянием факторов ИТЭР и построить модели шероховатой поверхности. Впервые обоснована модель сосуществования двух типов шероховатости на поверхности W-IG и её модификации при рекристаллизации.

**Ключевые слова:** вольфрам, W-rc, W-IG, ИТЭР, рекристаллизация, нейтроны, атомы перезарядки, распыление, поверхность.

Експериментально досліджено модифікування структури поверхні та зміну оптичних властивостей двох типів вольфраму (W-IG і W-rc) під впливом чинників, що імітують умови роботи в Міжнародному експериментальному термоядерному реакторі (ІТЕР): послідовний вплив нейтронів та атомів перезарядки (розпорощення). Вперше доведено, що рекристалізація W-IG приводить до стабілізації структури його поверхні та, як наслідок, оптичних характеристик. Проведено комплексні дослідження радіаційних перетворень поверхні, що уможливили з'ясувати фізичні механізми її ерозії під впливом чинників ІТЕР і побудувати моделі шерсткості поверхні. Вперше обґрунтовано модель співіснування двох типів шерсткості на поверхні W-IG та її модифікування при рекристалізації.

**Ключові слова:** вольфрам, W-rc, W-IG, ІТЕР, рекристалізація, нейтроны, атомы перезарядки, розпорощення, поверхня.

The paper presents experimental study of surface-structure modification and optical-properties' change of two types of tungsten (W-IG and W-rc) under impact of factors imitating operating conditions in International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER): successive impact of neutrons and recharge atoms (sputtering). For the first time, the fact is determined that the W-IG recrystallization leads to stabilization of both surface structure and, as a result, optical properties. The comprehensive study of radiation-induced transformations of the surface reveals physical mechanisms of its erosion under the ITER factors and results in creation of the roughness model. For the first time, a model of coexistence of two types of roughness on the W-IG surface and its transformations under recrystallization is grounded.

**Key words:** tungsten, W-rc, W-IG, ITER, recrystallization, neutrons, recharge atoms (sputtering), surface.

*(Получено 20 июля 2016 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

В рабочем режиме контроль над параметрами плазмы в ИТЕР будет осуществляться с помощью оптических и лазерных методов (в широком диапазоне электромагнитного излучения), все оптические схемы которых должны быть построены на металлических зеркалах. Основная роль в системе оптической диагностики плазмы принадлежит первым зеркалам (ПЗ), задача которых состоит в передаче электромагнитного излучения от плазмы в анализирующую часть системы диагностики. Так как ПЗ будут размещены в реакто-

ре в прямой видимости плазмы, они окажутся в тех же условиях, что и первая стенка вакуумной камеры и будут принимать на себя поток всех видов излучения плазмы — корпускулярного, электромагнитного и нейтронного. Суть проблемы ПЗ состоит в том, что в результате длительного воздействия термоядерной плазмы и ряда эксплуатационных операций в установках токамак будет происходить деградация его оптических характеристик и в первую очередь коэффициента зеркального отражения — главной рабочей характеристики.

Помимо электромагнитного и нейтронного излучения, обращённые к плазме зеркала будут подвержены бомбардировке нейтральными атомами дейтерия и трития, образующимися в плазме в результате процессов перезарядки быстрых ионов плазмы («атомами перезарядки»). Атомы перезарядки (АП) имеют широкий энергетический спектр ( $10-10^3$  эВ), что более чем на порядок превышает энергию связи атомов любого материала. Поэтому будет происходить распыление поверхности ПЗ, что может привести к увеличению её шероховатости и доли рассеянного отражения, с чем связано снижение коэффициента зеркального отражения.

Для понимания природы влияния экстремальных условий ИТЭР на рабочие характеристики ПЗ и определения тех, которые нужно оптимизировать для продления срока его службы, необходимо изучить влияние вредных факторов на работу ПЗ в условиях, имитирующих работу ИТЭР, и провести анализ экспериментальных результатов, полученных в лаборатории.

Вольфрам — тугоплавкий материал с высокой точкой плавления (3680 К). Хорошее сопротивление эрозии и термостойкость, малый коэффициент термического расширения, очень высокий порог распыления под действием частиц плазмы и малый захват трития делает его перспективным для внутрикорпусных элементов ITER и DEMO, особенно для тех их частей, где энергия ионов водорода и дейтерия больше порога распыления.

В настоящее время в качестве материала для внутрикорпусных элементов ИТЭР рассматриваются специально разработанный ITER-grade вольфрам (W-IG), в рекристаллизованном состоянии (W-rc), сплавы на основе вольфрама: W-Re, W-Ti, W-V и т.д.

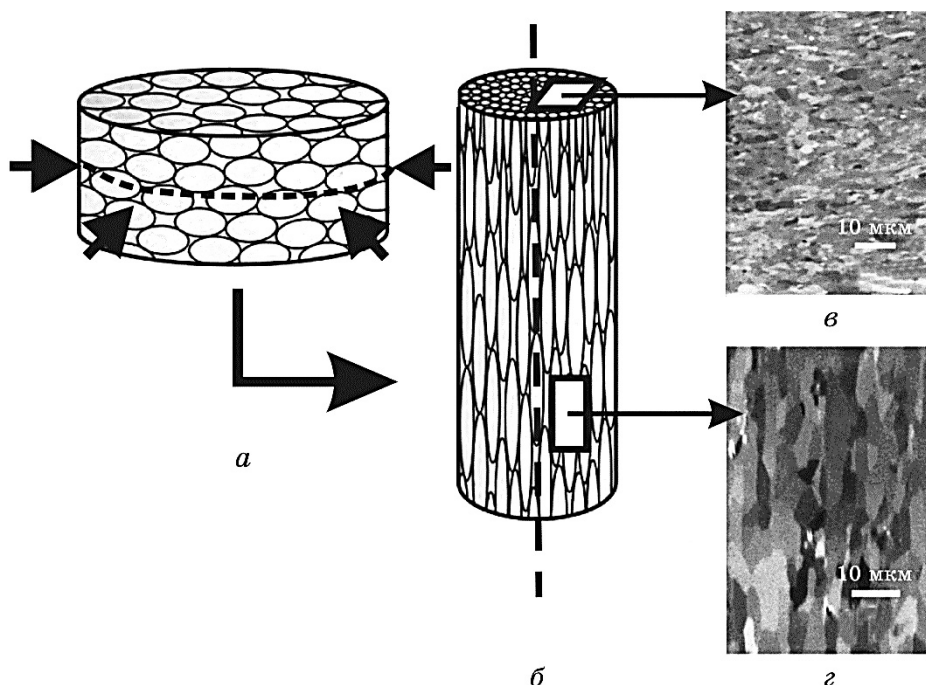
Настоящая работа является обобщением и продолжением наших предыдущих исследований [1, 2]. Изучены основные закономерности эрозии и эволюции структуры поверхности образцов вольфрамовых ПЗ при воздействии факторов, имитирующих условия работы в ИТЭР: исследуется влияние последовательного воздействия нейтронного облучения и АП-плазмы на рельеф поверхности и оптические характеристики наиболее перспективных кандидатов для ПЗ — W-IG и рекристаллизованного (W-rc) W-IG. Впервые проведён сравнительный анализ, построены физические модели шерохо-

ватой поверхности и определена роль рекристаллизации в её формировании.

## 2. ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследованы образцы ПЗ из вольфрама двух типов.

Первый тип, — W-IG, — материал, модифицированный с целью обеспечения требований конструкций реактора [3]. Вольфрамовая пластина чистотой 99,99% и теоретической плотностью 99,7% была изготовлена по специальной технологии компанией A.L.M.T. Corp. (Япония) [4]. Прут поликристаллического вольфрама подвергся ковке в радиальном направлении (рис. 1, *a*) и отжигался 1 час при 1000°C для снятия механического напряжения, полученного во время деформации. В результате такой обработки зёрна вытянуты



**Рис. 1.** Схема технологического процесса и результирующая структура зёрен вольфрамового прута: прут до (*a*) и после (*б*)ковки в радиальном направлении; структура зёрен — перпендикулярно (*e*) и параллельно (*z*) оси прута [3].

**Fig. 1.** Processing flow scheme and final grain structure of the tungsten rod: the rod before (*a*) and after (*б*) radial forging; grain structure—perpendicular (*e*) and parallel (*z*) to the rod axis [3].

перпендикулярно направлению деформации (рис. 1, б). На рисунках 1, в, г приведены фото поверхности вдоль и поперёк оси цилиндра, соответственно. Микроструктура W-IG состоит из кристаллитов, ориентация которых связана с осью деформации при изготовлении и представляет собой зёрна, вытянутые вдоль оси деформации. Размер зёрен составляет  $\cong 1\text{--}3$  мкм в ширину и до 5 мкм в длину.

Технология получения W-IG позволяет добиться высокой теплопроводности в направлении нормали к поверхности. Для W-IG с зёрнами, вытянутыми перпендикулярно поверхности, теплопроводность выше, а удержание водорода в 2–10 раз больше, чем для материала с зёрнами в плоскости поверхности [5]. Вольфрам имеет ОЦК-решётку. При радиальном сжатии металлы с решёткой такого типа приобретают две преимущественные ориентации — [100] и [110] [6]. Таким образом, появляется текстура деформации, которая определяется технологией изготовления ITER-grade вольфрама.

Второй тип вольфрама (W-rc) получен рекристаллизацией W-IG вольфрама путём отжига при 2073 К на протяжении 1 часа.

Пластины W-IG и W-rc разрезались на образцы размером  $10\times 10\times 2$  мм<sup>3</sup>, которые полировались с двух сторон механически и электрохимически до высокого оптического качества поверхности. Образцы вырезались вдоль оси цилиндра — в направлении текстуры (рис. 1, б, г).

Для моделирования нейтронного облучения в ИТЭР образцы W-IG и W-rc облучались ионами W<sup>+6</sup> с энергией 20 МэВ до дозы 3,0 сна (self-damaged W). Максимум повреждения находится на глубине 1,35 мкм, средняя глубина проникновения W-ионов составила  $\cong 2,2$  мкм. Результат расчёта профиля глубины повреждения приведён в работе [1]. Обратная сторона образцов не подвергалась облучению ионами W<sup>+6</sup> и использовалась, как контрольная, при последующих распылениях ионами Ar с энергией 600 эВ, имитирующих распыление атомами перезарядки. Таким образом, для исследования было подготовлено два образца из вольфрама различных типов.

Образцы зеркал были подвержены серии распылений на установке ДСМ-2 [7]. Перед началом распыления ионами Ar обе стороны образцов вольфрама подвергались стандартной процедуре удаления органических загрязнений [1]. Измеренный после такой процедуры коэффициент отражения принимается за начальное значение. Из-за малой скорости распыления вольфрама ионами водорода и дейтерия для сокращения длительности эксперимента использовались ионы Ar<sup>+</sup> с энергией 600 эВ.

После чистки обе стороны каждого образца были распылены ионами Ar 600 эВ в 7 этапов с постепенным накоплением флюенса ионов. Значения суммарного флюенса ионов Ar после каждого этапа распыления приведены в [1]. В настоящем исследовании обсуждаются результаты для первого F1 (флюенс  $0,23\cdot 10^{23}$  ион/м<sup>2</sup>) и по-

следнего F7 (накопленный флюенс  $6,5 \cdot 10^{23}$  ион/м<sup>2</sup>) распылений. Сначала распылялась контрольная сторона образца, затем образец переворачивали, и в идентичных условиях распылялась облучённая сторона (3 сна). Толщина распылённого слоя после последнего распыления составила 3,9 мкм, что примерно в два раза превышает среднюю глубину проникновения ионов W<sup>+6</sup>.

После чистки и каждого этапа распыления поверхность образца анализировалась с помощью оптической микроскопии и интерферометрии.

Для исследования рельефа поверхности использовался микроинтерферометрический комплекс на базе микроинтерферометра МИИ-4 [8, 9] и многофункциональный оптический комплекс [10, 11]. Поверхность более детально изучалась с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ — СЗМ Solver P47-PRO), сканирующей электронной микроскопии (SEM) с EBSD-анализом — JSM 6390LV (JEOL Ltd Japan) и конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (CLSM; Olympus LEXT OSL4000).

### 3. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ НЕЙТРОНОВ И АТОМОВ ПЕРЕЗАРЯДКИ НА СТРУКТУРУ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ ЗЕРКАЛ W-IG И W-rc

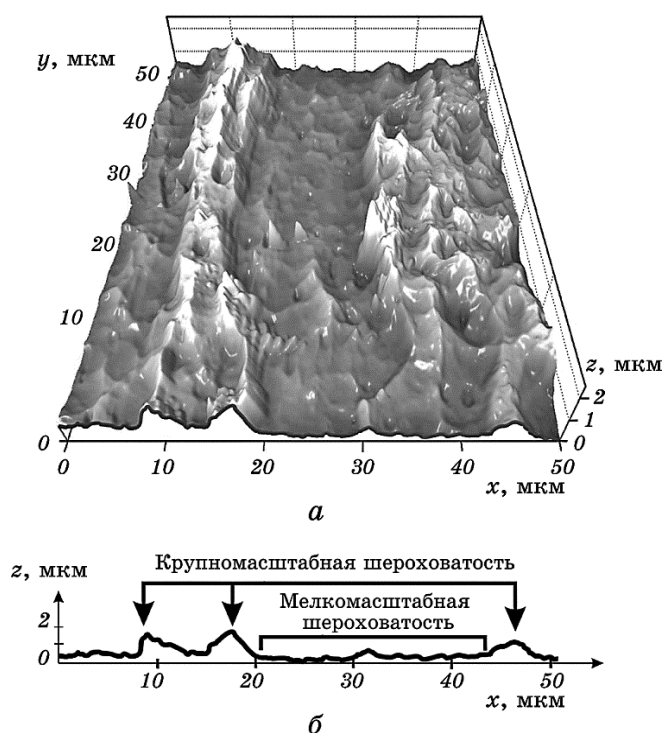
#### 3.1. ITER-grade вольфрам — W-IG

##### 3.1.1. Структура поверхности

Детальное изучение структуры поверхности образца W-IG, исходной и облучённой до 3 сна, до распыления плазмой, полученные с помощью микроинтерферометрического комплекса, показало, что обе поверхности гладкие, о чём свидетельствуют параллельные полосы на интерференционных картинах [2]. При этом картины качественно не отличаются для исходной поверхности и для предварительно обработанной ионами W<sup>+6</sup> дозой 3 сна; скорость распыления одинакова для исходных и self-damaged образцов W-IG.

Более детально особенности появившейся в результате распыления шероховатости изучены с помощью АСМ (рис. 2). На профиле наблюдается два типа шероховатости: мелкомасштабная ( $R_{m_z} \cong 100$  нм) и крупномасштабная ( $R_{k_z} \cong 2$  мкм). Для выяснения природы появления 2-х типов шероховатости проведены дополнительные CLSM- и EBSD-исследования.

Преимущественные направления рельефа хорошо заметны на рис. 3. Данные EBSD (рис. 3, а) показали, что некоторые области одинакового цвета имеют размеры десятки микрон и направлены из верхнего левого к нижнему правому углу рисунка. Идентичность цвета означает, что ориентации зёрен внутри такой области (их



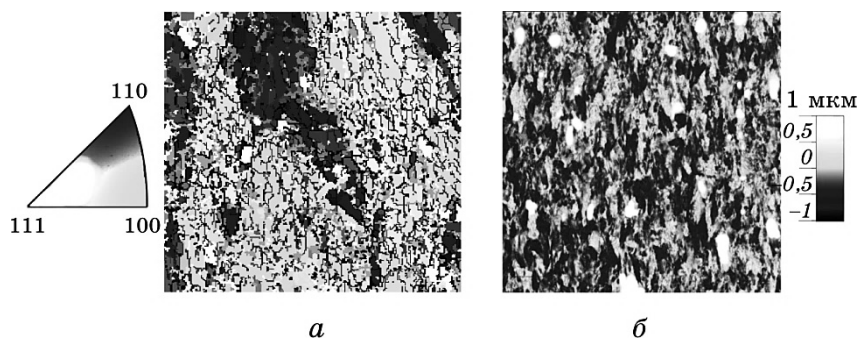
**Рис. 2.** Структура поверхности образца W-IG после распыления слоя толщиной  $\approx 3,9$  мкм (данные АСМ) (а) и её профиль (б).

**Fig. 2.** The structure of the W-IG sample surface after sputtering  $\approx 3.9$   $\mu\text{m}$  layer (AFM data) (a) and its profile (b).

можно назвать «конгломераты») близко друг к другу. Из анализа рис. 3 можно сделать вывод: если отклонение ориентации зёрен поликристаллического W-IG от данного кристаллографического направления не превышает  $\pm 9^\circ$ , то коэффициент их распыления будет таким, как для зёрен, точно ориентированных вдоль данной оси. Каждая группа зёрен (конгломерат) обозначена на рис. 3, а определённым цветом. Мелкомасштабная шероховатость наблюдается внутри конгломерата.

Конгломераты создают анизотропную субструктуру материала с группами различных размеров и образуют поверхностную шероховатость с большим периодом. Среднее расстояние между такими группами определяет величину крупномасштабной неоднородности.

Такой рельеф поверхности принципиально отличается от рельефа обычных поликристаллических образцов, распылённых в аналогичных условиях [12], и является следствием сложной технологии изготовления W-IG. Период неоднородности различен в разных



**Рис. 3.** Поверхность образца W-IG: участок  $90 \times 90 \text{ мкм}^2$  (данные EBSD), ориентация зёрен перпендикулярно поверхности определяется цветовой кодировкой (вставка слева) (а); 2D-результаты CLSM-измерений после распыления ионами Ar ( $F7 = 6,5 \cdot 10^{23} \text{ ион/м}^2$ ). Размер изображения —  $1100 \times 1100 \text{ мкм}^2$ . Для определения высоты зёрен справа приведена шкала высот (б).

**Fig. 3.** W-IG sample surface:  $90 \times 90 \text{ }\mu\text{m}^2$  fragment (EBSD data), grains orientation is perpendicular to the surface and determined by colour codes (left inset) (а); 2D CLSM results after sputtering by Ar ions ( $F7 = 6.5 \cdot 10^{23} \text{ ion/m}^2$ ). The image size is  $1100 \times 1100 \text{ }\mu\text{m}^2$ . The scale is given for grains height determining (б).

направлениях и составляет  $\cong 30 \text{ мкм}$  и  $\cong 130 \text{ мкм}$  по горизонтали и вертикали, соответственно (рис. 3, б).

Таким образом, экспериментальное исследование структуры показало, что размеры микроструктурных элементов вольфрама ( $\cong 5 \text{ мкм}$  длиной и  $\cong 1\text{--}3 \text{ мкм}$  шириной) не являются определяющими для характеристики микрорельефа. Реальный рельеф, развивающийся на поверхности W-IG при распылении, имеет гораздо большие по величине линейные размеры.

Следует также обратить внимание на то обстоятельство, что на рис. 3 преобладают чёрные и серые цвета, т.е. направления  $\{100\}$  и  $\{110\}$ , а белый (направление  $\{111\}$ ) практически отсутствует. В этом проявляется текстура, связанная с различной ориентацией зёрен поликристаллического вольфрама, появившаяся в результате механической обработки при создании W-IG [6]. Образование предпочтительных ориентировок в процессе пластической деформации тесно связано как с характером напряжённого и деформированного состояния, так и с изменениями структуры металла, происходящими в процессе обработки давлением. Текстуру вольфрама по данным ряда исследований можно описать ориентировкой  $\{001\}$  (110) [6]. Рассеяние при степени деформации 96% составляет  $\pm 12^\circ$  вокруг направления прокатки и  $\pm 7^\circ$  вокруг поперечного направления. Анализ полученных текстур может дать сведения о механизме

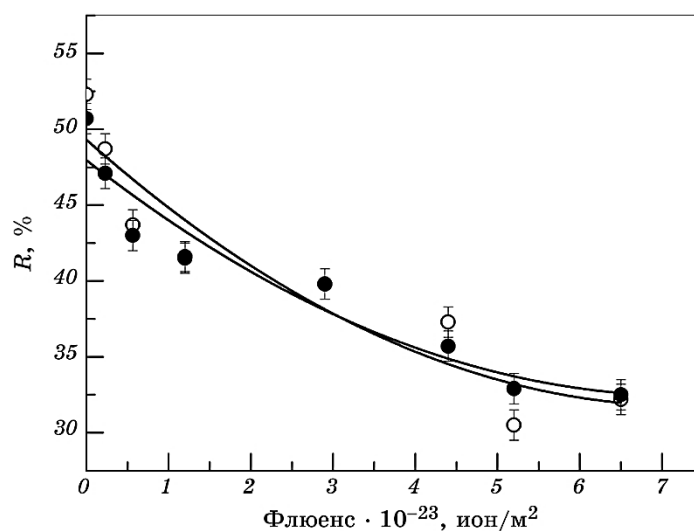


пластической деформации, поскольку тип текстуры в значительной степени определяется тем, по каким кристаллографическим плоскостям и направлениям происходит скольжение. Следовательно, можно сделать вывод на основании анализа текстур, что основной плоскостью скольжения для вольфрама является плоскость  $\{112\}$ .

Поскольку W-IG планируется использовать в качестве материала для ПЗ, первоочередной задачей становится исследование влияния анизотропного рельефа поверхности, развитого в результате воздействия факторов ИТЭР, на её оптические характеристики.

### 3.1.2. Оптические свойства

Измерения коэффициента зеркального отражения  $R(\lambda)$  при нормальном падении выполнялись после каждой бомбардировки образцов ионами Ar-плазмы. В исходном состоянии (после чистки) спектры отражения качественно и количественно хорошо совпадают со справочными. На рисунке 4 приведены коэффициенты зеркального отражения облучённой (3 сна) ионами вольфрама и исходной (необлучённой) сторон образца W-IG в зависимости от флюенса (во всем спектральном диапазоне зависимости качественно совпа-



**Рис. 4.** Зависимость коэффициента отражения при нормальном падении волн с длиной 600 нм от флюенса необлучённой (0 сна — ○) и облучённой (3 сна — ●) сторон образца W-IG.

**Fig. 4.** Dependence of normal reflection coefficient at 600 nm wavelength upon fluence for non-irradiated (0 dpa—○) and irradiated (3 dpa—●) sides of the W-IG sample.

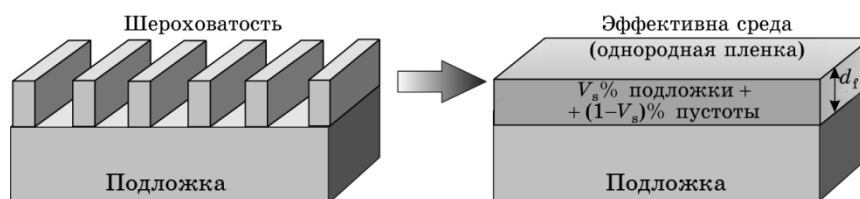
дают, приведено для  $\lambda = 600$  нм). Из рисунка 4 видно, что нет ни качественного, ни количественного различия между скоростями распыления для двух сторон образца. Коэффициент отражения  $R(\lambda)$  быстро уменьшается с накоплением флюенса, что обусловлено развитием шероховатости.

Эллипсометрические параметры  $\psi$  (в большей степени) и  $\Delta$  оказались одинаково чувствительными как к дозе предварительного облучения, так и к флюенсу [1]. Это также связано с развитием шероховатости, которая появилась в результате предварительного облучения и растёт с увеличением флюенса. По данным спектроскопии для  $\Delta$  зависимость существенно бóльшая, как от дозы предварительного облучения, так и от флюенса [1]. Последнее обстоятельство позволяет считать, что шероховатый слой, который ответственен за экспериментально обнаруженные особенности поведения эллипсометрических параметров, можно моделировать как искажённый слой (плёнка), который образуется на образце вольфрама в результате предварительного облучения ионами вольфрама, а толщина его зависит от дозы этого облучения. Естественно, что при этом должна преимущественно изменяться фаза, т.е. эллипсометрический параметр  $\Delta$ , что и наблюдается экспериментально [1].

### 3.1.3. Модель шероховатой поверхности W-IG

Из анализа экспериментальных результатов следует модель, основанная на известных способах описания шероховатого слоя, в рамках которой можно понять влияние предварительного облучения ионами вольфрама на характеристики поверхности изученных образцов.

На рисунке 5 показана модель поверхности исследованных образцов. Наличие микроскопической шероховатости учтено в рамках модели эффективной среды Бруггемана [13] — ВЕМА (Bruggeman Effective Media Approximation), когда шероховатый слой за-



**Рис. 5.** Модель поверхности. Шероховатый слой заменён эффективной однородной плёнкой.

**Fig. 5.** The surface model. The rough layer is substituted by an effective homogeneous film.

меняется эффективной однородной плёнкой, представляющей собой смесь материала подложки и окружающей среды (воздух–пустота).

В этом случае комплексный показатель преломления  $N = n - ik$  эффективной среды может быть найден из соотношения [14, 15]:

$$\sum_j v_j (N_j^2 - N^2) / (N_j^2 - 2N^2) = 0, \quad \sum_j v_j = 1, \quad (1)$$

где  $v_j$  — объёмная доля  $j$ -ой компоненты,  $N_j = n - ik$  — её комплексный показатель преломления. Оптические константы ( $n$ ,  $k$ ) материала подложки (W) взяты из справочника [16]. Параметры плёнки (доля материала подложки  $v_s$  и эффективная толщина плёнки  $d_f$ ) определялись из эллипсометрических измерений ( $\psi(\theta)$  и  $\Delta(\theta)$  для  $\lambda = 633$  нм) путём минимизации среднеквадратичной ошибки ( $\sigma$ ) аппроксимации экспериментальных данных модельными:

$$\sigma = \left( \sum_{i=1}^M [(\Psi_i^{\text{exp}} - \Psi_i^{\text{calc}})^2 + (\Delta_i^{\text{exp}} - \Delta_i^{\text{calc}})^2] \right)^{1/2} / M, \quad (2)$$

где  $\Psi_i^{\text{exp}}$  и  $\Delta_i^{\text{exp}}$  — экспериментальные значения эллипсометрических параметров, а  $\Psi_i^{\text{calc}}$  и  $\Delta_i^{\text{calc}}$  — вычисленные в выбранной модели;  $M$  — количество углов падения, при которых выполнялись измерения. Значение  $\sigma$  служит количественной мерой при сравнении моделей. Параметры плёнки на разных стадиях воздействия приведены в табл. 1. Во всех случаях получена достаточно высокая точность аппроксимации ( $\sigma < 1$ ), что свидетельствует об адекватности

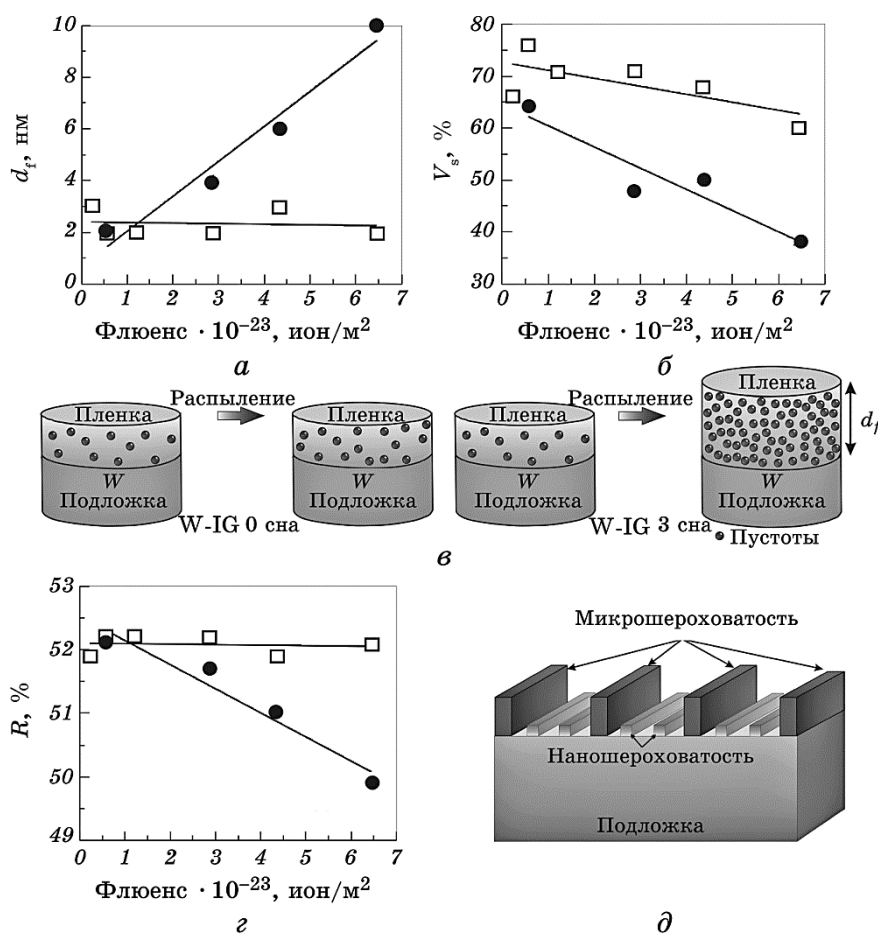
**ТАБЛИЦА 1.** Параметры плёнки ( $\lambda = 633$  нм) на разных стадиях воздействия для необлучённой (0 сна) и облучённой (3 сна) сторон образца W-IG:  $v_s$  — объёмная доля подложки в плёнке,  $d_f$  — толщина плёнки,  $n$  и  $k$  — показатель преломления и коэффициент поглощения материала подложки (W) [16] соответственно,  $R$  — коэффициент отражения,  $\sigma$  — среднеквадратичная ошибка.

**TABLE 1.** Parameters of the film ( $\lambda = 633$  nm) at different stages of treatment for non-irradiated (0 dpa) and irradiated (3 dpa) sides of W-IG specimen:  $v_s$  is the volume fraction of the substrate in the film,  $d_f$  is the film thickness,  $n$  and  $k$  are optical constants of the substrate (W) [16],  $R$  is reflection coefficient,  $\sigma$  is the mean-square error.

Доза облучения	Стадия воздействия. Флюенс $\times 10^{-23}$ , ион/м <sup>2</sup> (F7)	$v_s$ , %	$d_f$ , нм	$n$	$k$	$R$ , %	$\sigma$
0 сна	после чистки	43	5	1,95	0,76	50,4	0,28
	F7 = 6,5	60	2	2,4	1,31	51,1	0,92
3 сна	после чистки	86	1	3,18	2,33	51,5	0,67
	F7 = 6,5	38	10	1,82	0,62	48,9	0,95

построенной модели.

На рисунках 6, *a–г* показаны зависимости параметров плёнки



**Рис. 6.** Параметры модели поверхности облучённой (3 сна) и необлучённой (0 сна) сторон образца W-IG в зависимости от флюенса: толщина плёнки (*a*), объёмная доля подложки в плёнке (*б*), результаты распыления (толщина плёнки и её плотность) (*в*) и коэффициент отражения ( $\lambda = 633$  нм) (сплошными линиями показаны линейные тренды соответствующих параметров) (*г*), уточнённая модель поверхности образца W-IG с шероховатостями двух масштабов (*д*).

**Fig. 6.** Parameters of the surface model of the irradiated (3 dpa) and non-irradiated (0 dpa) sides of W-IG sample depending on the fluence: the film thickness (*a*), volume fraction of the substrate in the film (*б*), sputtering results (the film thickness and density) (*в*) and reflection coefficient ( $\lambda = 633$  nm) (solid lines indicate linear trends of the corresponding parameters) (*г*), refined model of the W-IG sample surface with two-scale roughness (*д*).

(толщина  $d_f$  и процент материала подложки  $v_s$ ) и расчётного значения коэффициента отражения  $R$  от флюенса. Для выяснения трендов каждой из зависимостей были построены их линейные аппроксимации.

Эффективная толщина плёнки  $d_f$  (рис. 6, а, в) остаётся постоянной для необлучённой стороны образца и быстро возрастает для облучённой.

Из рисунка 6, б следует, что процент материала подложки  $v_s$  падает, а значит «рыхлость» плёнки (доля пустот) возрастает с ростом флюенса (рис. 6, в). При этом предварительно облучённая сторона образца «рыхлится» значительно быстрее.

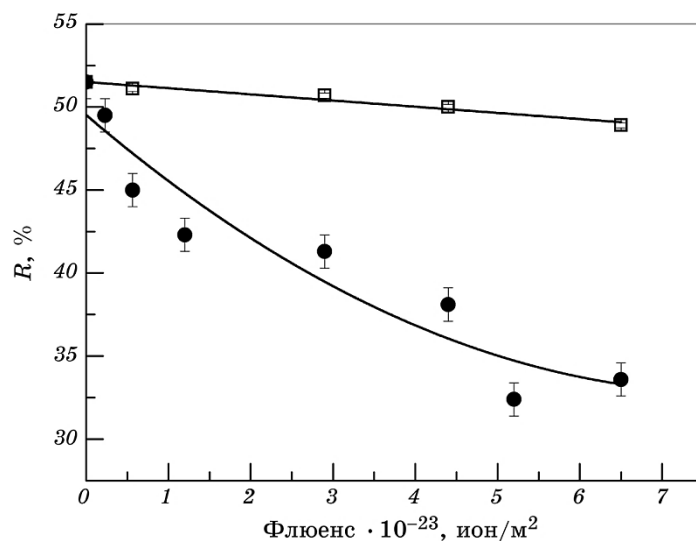
Дополнительно проведённые исследования показали, что в последнем случае скорость этого возрастания сильно зависит от дозы предварительного облучения (возрастание тем большее, чем больше эта доза). На рисунке 6, г показана зависимость коэффициента зеркального отражения  $R$ , рассчитанного по эллипсометрическим данным для модели, приведённой на рис. 6, д: коэффициент отражения предварительно необлучённого образца с ростом флюенса не меняется, а для облучённых — монотонно убывает.

Из анализа рисунков 6, а–г следует, что поведение облучённой и необлучённой поверхностей качественно отличаются: параметры необлучённой поверхности практически не меняются с ростом флюенса, тогда как на предварительно облучённой поверхности растёт плёнка, плотность которой уменьшается с ростом флюенса (рис. 6, в).

В рамках принятой модели рассмотрение шероховатой поверхности проведено с заменой реального шероховатого слоя эффективным неоднородным слоем. В таком приближении с увеличением размера шероховатости металлической поверхности коэффициент отражения должен понижаться [17]. Этот результат наблюдается экспериментально, что ещё раз свидетельствует в пользу адекватности принятой модели.

На рисунке 7 приведено сравнение коэффициента отражения, полученного из расчёта по данным эллипсометрии и из прямых измерений в зависимости от флюенса для образца W-IG (3 сна) на длине волны 633 нм. Поскольку толщина плёнки очень невелика ( $< 10$  нм, см. рис. 6, а), то с точки зрения эллипсометрии речь идёт, фактически, о чистой поверхности, а модельная плёнка — небольшая поправка, которая не может быть связана с той значительной шероховатостью, которая наблюдается с помощью микроскопии и микроинтерферометрии.

Эта особенность, а также тот факт, что рассчитанная в модели зависимость коэффициента отражения от флюенса значительно отличается от экспериментально полученной с помощью рефлектометрии при нормальном падении (рис. 7), означают, что эллипсомет-



**Рис. 7.** Коэффициент отражения, полученный из расчёта по данным эллипсометрии (□ — погрешность в пределах точки) и из прямых измерений (●) в зависимости от флюенса для образца W-IG (3 сна) на длине волны 633 нм.

**Fig. 7.** Dependences of reflection coefficient at 633 nm calculated from ellipsometric data (□—error is within the square) and directly measured (●) upon fluence for W-IG (3 dpa) sample.

рия «не видит» ту шероховатость, которая хорошо видна на микрофотографиях, и которая даёт рассеяние и, соответственно, падение отражения. Этот эффект нами ранее обсуждался и связан с принципиальным различием физических процессов, лежащих в основе этих двух методик [18, 19]. Этот результат означает, что на поверхности формируются шероховатые структуры двух масштабов — микро- и нанощероховатость (см. рис. 6, *д*). Развитие шероховатости микронных размеров не зависит от предварительного облучения ионами вольфрама и определяется только распылением, в частности, она связана с различным коэффициентом распыления для зёрен различной кристаллографической ориентации. Нанощероховатость, имеющая размер много меньший длины волны видимого света, может быть связана с образованием дефектов вблизи поверхности образца при имитации воздействия нейтронов (для self-damaged образца).

Размер микрошероховатости значительно превосходит длину волны видимого света, что даёт значительное рассеяние в этом спектральном диапазоне и, следовательно, хорошо фиксируется рефлектометрией, но для эллипсометрии остаётся невидимым. И

наоборот, нанометровая шероховатость практически не рассеивает свет видимого диапазона, но формирует на поверхности тонкий нарушенный слой, который хорошо «видит» эллипсометрия, но для рефлектометрии его вклад пренебрежимо мал.

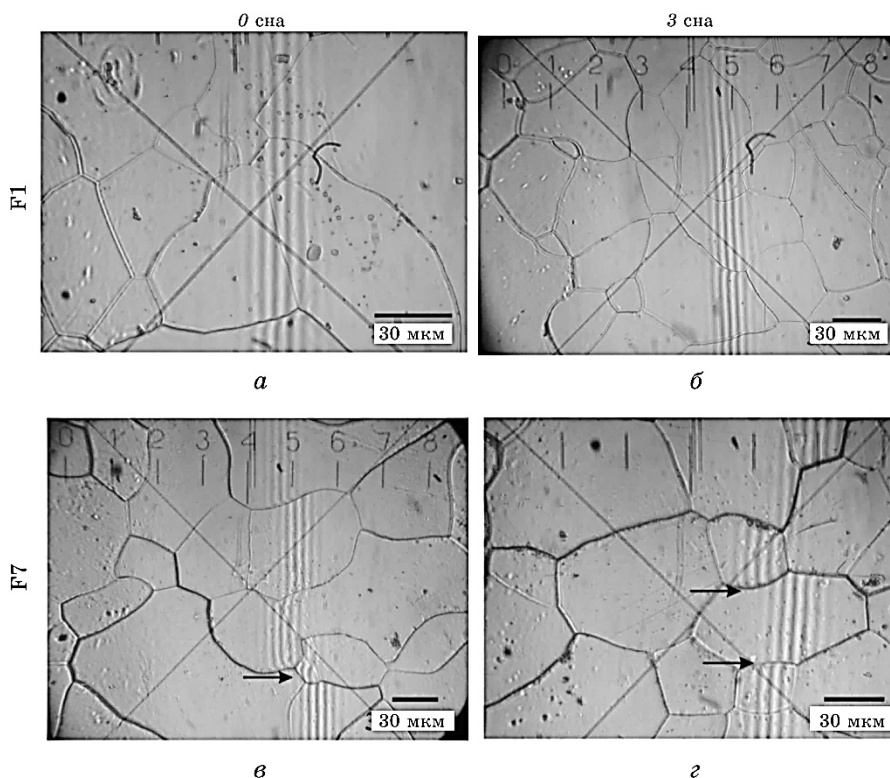
Известно, что вольфрам очень устойчив к окислению. Для создания на поверхности вольфрама окисного слоя наноразмерной толщины необходим нагрев свыше  $500^{\circ}\text{C}$ . Для окисления же «рыхлого» наноструктурированного вольфрама нагрев не нужен, окисление происходит достаточно эффективно при нормальной температуре [20]. Принятая модель нашей плёнки может быть аналогом этого случая. В связи с тем, что оптические характеристики образцов исследовались *ex-situ*, есть основание считать, что определённая нами плёнка и есть тот окисный слой, который образуется на поверхности образца после каждого распыления. При этом для предварительно необлучённых образцов толщина этого слоя по величине выходит за пределы чувствительности нашей эллипсометрической методики и поэтому не влияет на результаты измерений эллипсометрических параметров.

В случае же предварительно облучённых образцов поверхность оказывается более рыхлой, и окисление идёт более интенсивно. В результате формируется более толстый окисный слой, который и «видит» эллипсометрия. А поскольку класс шероховатости поверхности понижается с увеличением флюенса [2], не удивительно, что толщина искажённого слоя растёт, а коэффициент отражения падает. Таким образом, эллипсометрия «видит» распределение неоднородностей, как по толщине образца, так и по площади его поверхности.

### 3.2. Рекристаллизованный ITER-grade вольфрам — W-rc

#### 3.2.1. Структура поверхности

На рисунках 8, *a–z* приведены интерференционные картины облучённой ионами  $\text{W}^{+6}$  стороны образца и необлучённой после чистки и распыления. Поверхность облучённых ионами  $\text{W}^{+6}$  (3 сна) и необлучённых образцов (0 сна) абсолютно гладкая: внутри каждого зерна интерференционные полосы остаются параллельными. Размер зёрен составляет  $\cong 10\text{--}100$  мкм. Можно заметить резкий сдвиг интерференционных полос на границах некоторых зёрен (отмечен стрелками на рис. 8, *в, z*), что свидетельствует о развитии ступенчатой структуры поверхности и типично для поликристаллических материалов, подвергающихся длительному распылению [18, 19]. Данные изменения одинаковы для обеих сторон образца (необлучённая сторона (рис. 8, *a, в*) и предварительно облучённая ионами вольфрама до дозы 3 сна (рис. 8, *б, z*)).

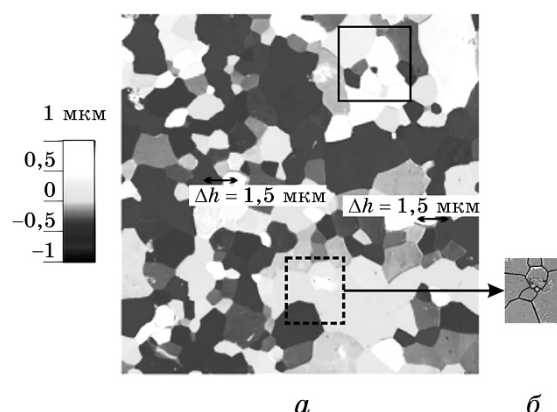


**Рис. 8.** Интерференционные картины поверхности образца рекристаллизованного W-rc: необлучённая сторона (0 сна) (*а, в*), облучённая сторона (3 сна) (*б, г*); после чистки и флюенса ионов Ar — F1 (*а и б*), F7 (*в и г*). Стрелки указывают на сдвиги интерференционных полос на границах зёрен.

**Fig. 8.** Interference patterns of the recrystallized W-rc sample surface: non-irradiated (0 dpa) side (*a, в*), irradiated (3 dpa) side (*б, г*); after cleaning and Ar ions fluence — F1 (*a and б*), F7 (*в and г*). The arrows indicate interference fringes shifts at the grains boundaries.

На рисунке 9, *а* приведена область поверхности размером  $0,64 \times 0,64 \text{ мкм}^2$  со шкалой высот. За нулевой уровень приняты зёрна серого цвета. Наибольший перепад высот между соседними зёрнами составляет  $\Delta h \cong 1,5 \text{ мкм}$ . Однако, наряду с такими большими отличиями по уровню высоты между зёрнами, имеющими большое различие в ориентации, существует много небольших ступенек, высотой менее 100 нм (в основном до 20 нм), между соседними зёрнами с небольшой разницей ориентаций, где преобладают зёрна различных оттенков из середины цветовой шкалы. На рисунке 9, *б* приведено SEM-изображение участка поверхности, отмеченного пунктиром на рис. 9, *а*, внутри которого преобладает серый цвет. По CLSM-





**Рис. 9.** CLSM-данные (а) для поверхности образца, облучённого до дозы 3,0 сна, после воздействия флюенса  $F7 = 6,45 \cdot 10^{23}$  ион/м<sup>2</sup> (размер изображения: 0,64×0,64 мм<sup>2</sup>), приведена шкала высот; SEM-фото (б) участка поверхности, выделенного пунктиром на рис. 9, а.

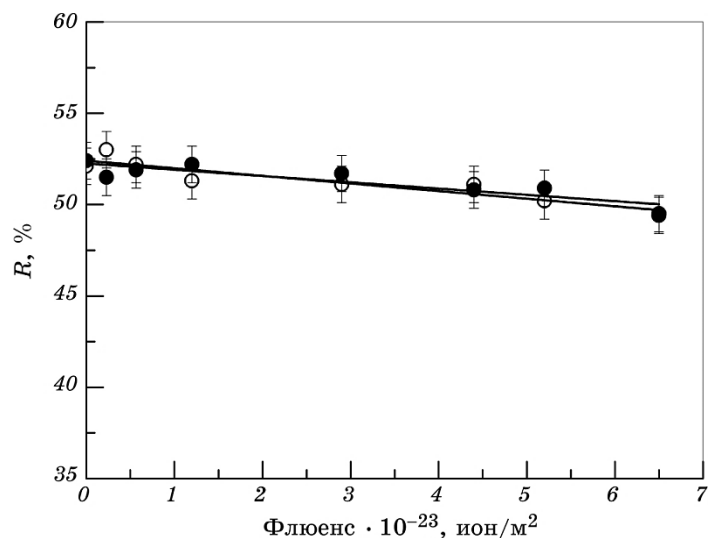
**Fig. 9.** CLSM data (a) for the surface of the irradiated up to 3.0 dpa sample after impact of  $F7 = 6.45 \cdot 10^{23}$  ion/m<sup>2</sup> fluence (the image size is 0.64×0.64 mm<sup>2</sup>), scale is given for grains height determining; SEM image (b) of the surface fragment outlined with a dotted line at Fig. 9, a.

данным можно сказать, что это одно зерно, однако из SEM-изображения данного участка видно, что это несколько граничащих зёрен. Поскольку на CLSM-карте они имеют одинаковый цвет, они находятся на одинаковой высоте, и ступенек между ними нет. Таких зёрен большинство.

### 3.2.2. Оптические свойства

На рисунке 10 дана зависимость коэффициента отражения при нормальном падении от флюенса для необлучённой (0 сна) и облучённой (3 сна) сторон образца W-рс. Поскольку во всем видимом спектре зависимость одинакова, приведён график для  $\lambda = 600$  нм. Очевидно, что образцы зеркал W-рс, предварительно подвергнутые облучению ионами W<sup>+6</sup> до дозы 3 сна, что типично для ИТЭР, при распылении ионами Ar 600 эВ ведут себя аналогично образцам без предварительного облучения. Это означает, что результат последовательного воздействия нейтронов и АП на вольфрамовые ПЗ сводится к воздействию только АП. Распыление слоя толщиной  $\cong 3,9$  мкм привело к изменению коэффициента отражения на  $\cong 2\%$  во всем спектральном диапазоне, так как, несмотря на процесс распыления, в рамках отдельно взятых зёрен рельеф не развивается.

Согласно эллипсометрии, на поверхности W-рс, предварительно



**Рис. 10.** Зависимость коэффициента отражения при нормальном падении от флюенса для необлучённой (0 сна — ○) и облучённой (3 сна — ●) сторон образца W-rc на длине волны 600 нм.

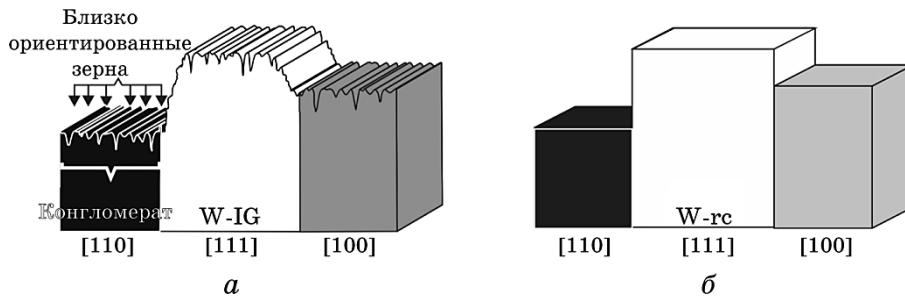
**Fig. 10.** Normal reflection coefficient at 600 nm wavelength dependence upon fluence for non-irradiated (0 dpa—○) and irradiated (3 dpa—●) sides of the W-rc sample.

облучённого ионами  $W^{+6}$  с энергией 20 МэВ, после распыления ионами аргона не появился приповерхностный слой, который значительно бы изменил оптические свойства ПЗ.

Проведём сравнительный анализ результатов исследования влияния последовательного воздействия нейтронов и АП на образцы зеркал двух типов вольфрама: W-IG и W-rc.

#### 4. СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НЕЙТРОНОВ И АП НА ОБРАЗЦЫ ЗЕРКАЛ W-rc И W-IG

Распыление образцов зеркал плазмой Ar производилось в семь этапов. Для обеих сторон общая толщина распылённого слоя составила  $\cong 3,9$  мкм. Потеря массы линейно зависит от флюенса ионов Ar, но зависимости ни от предварительного облучения ионами  $W^{+6}$ , ни от типа вольфрама не обнаружено (не показано). В процессе распыления на поверхности образцов зеркал W наблюдалось развитие рельефа двух различных типов. На поверхности W-IG — рельеф, состоящий из двух видов шероховатости: микромасштабной, связанной с наличием конгломератов (совокупности близко ориентированных



**Рис. 11.** Рельеф поверхности, связанный с различными скоростями распыления различно ориентированных зёрен, для образцов W-IG (а) и W-rc (б).

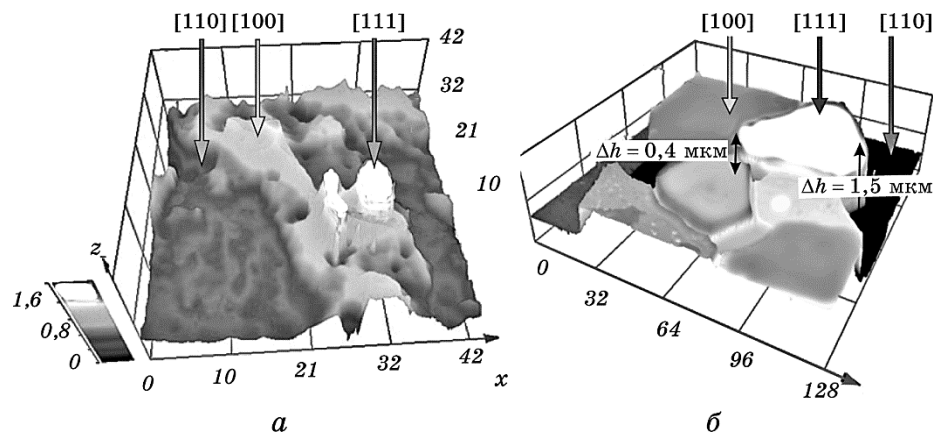
**Fig. 11.** The surface relief, associated with different sputtering rates of grains with different orientation, for W-IG (a) and W-rc (b) samples.

зёрен), и наномасштабной, присутствующей внутри конгломератов. На поверхности W-rc — ступенчатый рельеф.

Поскольку W-rc изготовлен по технологии ITER-grade с последующей рекристаллизацией, можно сделать вывод, что процесс рекристаллизации стабилизирует структуру W. Близко ориентированные зёрна внутри конгломерата объединяются в одно зерно и, как следствие, исчезает мелкомасштабная шероховатость, обостряются переходы между зёрнами (рис.11). Причиной появления рельефа на поверхности обоих типов вольфрама является различие в скорости распыления для зёрен с различной ориентацией (рис. 12).

Скорости распыления различных областей W-IG, состоящих из близко ориентированных зёрен, отличаются (рис. 12, а). Области, в которых преобладают зёрна с ориентацией, близкой к [110], имеющие высокий коэффициент распыления (чёрные), образуют «долины», а области, где преобладают зёрна с ориентацией, близкой к [100], имеющие более низкую скорость распыления (серые), образуют основную часть «хребтов», «пики» которых соответствуют зёрнам с ориентацией [111] (белые), имеющие самый низкий коэффициент распыления. «Долины», «хребты» и «пики хребтов» отчётливо видны на рис. 12, а. Крупномасштабная шероховатость наблюдается при переходе от одного конгломерата к другому (от «долины» к «хребту»).

Для W-rc правая верхняя часть на рисунке 9, а (обведена чёрным квадратом) была проанализирована более подробно с применением EBSD (рис. 12, б). Зерно белого цвета, которое имеет ориентацию [111], возвышается над всеми соседними зёрнами на  $\Delta h$  в пределах 0,4–1,3 мкм. Ориентации ещё двух соседних зёрен указаны на рис. 12, б (допустимое отклонение  $\sim 9^\circ$  от направления): зёрна, окрашенные в различные оттенки серого цвета, имеют ориентацию [100],



**Рис. 12.** 3D-результаты измерений CLSM и EBSD после последнего распыления (F7) для фрагмента ( $10 \times 10 \text{ мкм}^2$ ) поверхности W-IG (а) и фрагмента ( $129 \times 129 \text{ мкм}^2$ ) поверхности W-rc (3 сна) (б). Указана ориентация некоторых зёрен (данные EBSD). Указан перепад высот  $\Delta h$  между соседними зёрнами (вставка — шкала высот).

**Fig. 12.** 3D CLSM and EBSD results after the last sputtering (F7) for  $10 \times 10 \text{ }\mu\text{m}^2$  fragment of W-IG surface (а) and  $129 \times 129 \text{ }\mu\text{m}^2$  fragment of W-rc surface (3 dpa) (б). Orientation of some grains is specified (EBSD data). Height difference  $\Delta h$  between adjacent grains is indicated (inset represents height scale).

чёрные — [110]. Качественное сравнение экспериментально обнаруженных в настоящей работе скоростей распыления для различно ориентированных зёрен обоих типов вольфрама представлено в табл. 2.

Таким образом, обнаружено важное отличие в скорости распыления различно ориентированных зёрен обоих типов вольфрама, который относится к металлам с ОЦК-решёткой. Зерно с ориентацией [111] является наиболее устойчивым к распылению, а зерно с ори-

**ТАБЛИЦА 2.** Сравнение скорости распыления для различно ориентированных зёрен W: настоящая работа (эксперимент) и рассчитанные значения относительной поверхностной энергии  $\varepsilon_{hkl}/\varepsilon_{110}$ .

**TABLE 2.** Comparison of sputtering rates of W grains with different orientation: current study (experiment) and estimated relative surface energy  $\varepsilon_{hkl}/\varepsilon_{110}$ .

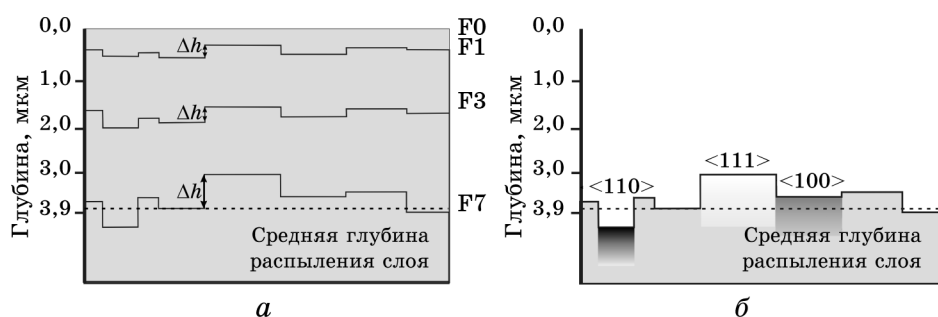
Ориентация	Скорость распыления (наст. работа — эксп.)	$\varepsilon_{hkl}/\varepsilon_{110}$
[111]	низкая	1,025
[100]	средняя	1,022
[110]	высокая	1

ентацией [110], которое имеет наиболее плотную упаковку [20], имеет наибольший коэффициент распыления. Как следует из результатов интерферометрии, CLSM и EBSD по измерению разности уровней высот между соседними зёрнами, разница коэффициента распыления у [111] и [110] достигает десятков процентов.

Появление ступенчатой структуры поверхности W-rc при распылении связано с различием скоростей распыления для различно ориентированных зёрен. На рисунке 13 представлена схема, поясняющая данный эффект: появление рельефа в процессе распыления (рис. 13, а) и рельеф поверхности W-rc после распыления с учётом ориентации зёрен (рис. 13, б).

Скорость распыления, определяемая как отношение числа выбитых атомов к числу ионов, падающих на мишень, является наиболее важным параметром, характеризующим процесс ионного распыления. Коэффициенты распыления для монокристаллов, особенно при высоких энергиях ионов, сильно зависят от ориентации кристалла относительно пучка ионов. Ионы проникают в решётку мишени наиболее глубоко тогда, когда направление пучка соответствует меньшей плотности проекции узлов кристаллической решётки на плоскость, перпендикулярную данному направлению. В результате увеличения глубины проникновения ионов эффективность их захвата решёткой возрастает, а коэффициент распыления — уменьшается.

Вольфрам обладает объёмно-центрированной кубической решёткой (не является структурой с плотнейшей упаковкой), имеет относительную плотность упаковки 0,68 и координационное число  $Z = 8$



**Рис. 13.** Схематический профиль поверхности, поясняющий появление рельефа в процессе распыления; с увеличением флюенса растёт перепад высот  $\Delta h$  между соседними зёрнами (а); распределение зёрен с разной ориентацией по высоте после распыления (б).

**Fig. 13.** The schematic profile of surface, which explains the relief formation under sputtering; height difference  $\Delta h$  between adjacent grains increases with fluence (a); height distribution of grains with different orientation after sputtering (b).

[20]. Плотность заселения узлами  $q$  для плоскости (100)

$$q_{(100)} = \frac{y}{S} = \frac{4 \times 1 / 4}{a^2} = \frac{1}{a^2}, \quad (3)$$

где  $y$  — число узлов, приходящихся на площадь  $S$  в данной плоскости,  $a$  — постоянная решётки. Аналогично,

$$q_{(110)} = \frac{4 \times 1 / 4 + 1}{a^2 \sqrt{2}} = \frac{\sqrt{2}}{a^2}, \quad q_{(111)} = \frac{3 \times 1 / 6}{a^2 (\sqrt{3} / 2)} = \frac{1}{a^2 \sqrt{3}}. \quad (4)$$

Поэтому  $q_{(110)} > q_{(100)} > q_{(111)}$ , т.е. наиболее плотно в ОЦК-решётке узлы расположены в плоскостях  $\{110\}$ .

На скорость распыления твёрдых тел также влияет поверхностная энергия, которая связана с межмолекулярным взаимодействием, так как состояние частиц (атомов, молекул) на границе раздела фаз отличается от состояния в объёме фаз вследствие нескомпенсированности силовых полей частиц на поверхности раздела. Поверхностная энергия  $\varepsilon$  определяется как работа образования единицы площади поверхности (размерность Дж/м<sup>2</sup>).

Оценка конфигурационной поверхностной энергии может быть проведена в модели разорванных связей [21]. Определяется она суммой энергий парного взаимодействия атомов, находящихся на поверхностной грани, с отсутствующими атомами (отрезанными свободной гранью). В рамках такого приближения конфигурационная поверхностная энергия пропорциональна числу разорванных связей на единице площади:

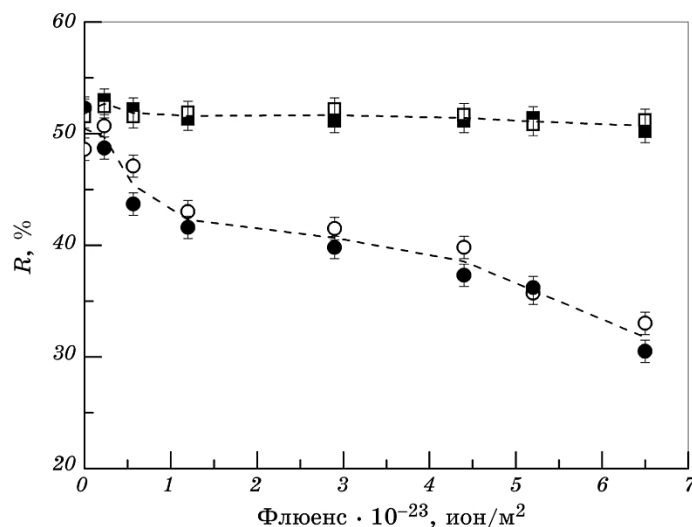
$$\varepsilon_{hkl} \approx Z_{hkl}. \quad (5)$$

Следовательно, задача определения относительной поверхностной энергии сводится к расчёту числа разорванных связей. В таблице 2 приведены сделанные в этом приближении оценки относительной поверхностной энергии  $\varepsilon_{hkl}/\varepsilon_{110}$  для вольфрама. Полученные соотношения  $\varepsilon_{111} > \varepsilon_{100} > \varepsilon_{110}$  согласуются с экспериментальными данными настоящей работы.

Таким образом, проведённые оценки позволили сделать вывод о природе различия в скоростях распыления базовых плоскостей вольфрама.

Поскольку на поверхности W-IG и W-rc в процессе распыления появился рельеф различного рода, задачей исследования было определить его влияние на оптические характеристики зеркал.

На рисунке 14 приведён коэффициент отражения  $R(\lambda)$  для W-IG и W-rc образцов зеркал, предварительно облучённых ионами вольфрама дозой 3 сна, в зависимости от флюенса на длине волны 600 нм. При нормальном падении света  $R$  практически не изменя-



**Рис. 14.** Зависимость коэффициента отражения при длине волны  $\lambda = 600$  нм от флюенса для W-IG и W-rc зеркал, облучённых 3 сна (закрашенные точки) и необлучённых (полые точки) сторон.

**Fig. 14.** Reflection coefficient at  $\lambda = 600$  nm dependence upon fluence for W-IG and W-rc mirrors irradiated 3 dpa (filled symbols) and non-irradiated (open symbols) sides.

ется для образца зеркала W-rc, хотя для образца W-IG наблюдается ухудшение коэффициента отражения в процессе последовательного распыления (увеличения толщины распылённого слоя). Такое поведение W-IG связано с развитием шероховатости на поверхности образца.

Спектральная зависимость эллипсометрического параметра  $\Delta$  для необлучённой стороны образца W-IG (3 сна) практически неизменна, а для облучённой стороны наблюдается его уменьшение с увеличением флюенса ионов [1]. Для данного типа зеркал по такому поведению можно сказать, был образец предварительно облучён или нет. Так как не были отмечены изменения эллипсометрических параметров образцов W-rc, можно сделать вывод, что процедуры распыления не влияют на поведение угловой зависимости для такого рода зеркал.

Нормальный коэффициент отражения зеркал W-rc претерпел изменения лишь в пределах 2% во всем спектральном диапазоне после распыления слоя толщиной  $\cong 4$  мкм. Согласно эллипсометрическим данным, облучение поверхности образцов ионами вольфрама с энергией 20 МэВ также не изменяет их оптические свойства.

Для образцов W-IG, в отличие от W-rc, после того, как был распылён верхний слой толщиной  $\cong 4$  мкм, была отмечена деградации

оптических характеристик на  $\cong 20\%$ . Шероховатость поверхности этих образцов стала появляться уже после первой процедуры распыления. В ходе исследования были замечены некоторые различия в поведении эллипсометрического параметра  $\Delta$  во время распыления для облучённых и необлучённых сторон образца.

## 5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ. ВЫВОДЫ

Экспериментально изучена модификация структуры поверхности и оптических свойств двух типов вольфрама (W-IG и W-rc) при воздействии факторов, имитирующих условия работы в ИТЭР: последовательное воздействие нейтронов и атомов перезарядки (распыление). Впервые доказано, что рекристаллизация W-IG приводит к стабилизации структуры его поверхности и, как следствие, оптических характеристик.

Проведённые комплексные исследования радиационных превращений поверхности позволили выяснить физические механизмы её эрозии под влиянием факторов ИТЭР и построить модели шероховатой поверхности. Впервые обоснована модель существования двух типов шероховатости на поверхности W-IG и её модификация при рекристаллизации.

Проведены CLSM- и EBSD-анализ распылённых поверхностей зеркал W для определения высот и аттестации ориентации зёрен, что позволило впервые обнаружить, что независимо от типа вольфрама, зерно с ориентацией [111] имеет наименьшую скорость распыления, а с ориентацией [110] — наивысшую. Предложена трактовка обнаруженного различия в рамках известных представлений о различии в плотностях упаковки и поверхностной энергии соответствующих плоскостей.

Физическая причина различной скорости распыления заключается в следующем: чем меньше плотность проекции узлов кристаллической решётки на плоскость, перпендикулярную направлению проникновения ионов, тем меньше коэффициент распыления. Плотность заселения узлами  $q$  для базовых плоскостей W распределяется так:  $q_{(110)} > q_{(100)} > q_{(111)}$ . При этом скорость распыления уменьшается с уменьшением поверхностной энергии, которая пропорциональна числу разорванных связей на единицу площади. Наименьшей поверхностной энергией  $\varepsilon$  обладают грани с наибольшей плотностью частиц. Для W относительные поверхностные энергии для базовых плоскостей находятся в соотношении  $\varepsilon_{111} > \varepsilon_{100} > \varepsilon_{110}$ . Таким образом, ионам легче всего проникнуть (наименьшая плотность упаковки) и, как следствие, быть захваченными плоскостью с ориентацией [111]. У неё же труднее всего разорвать межатомные связи (наибольшая поверхностная энергия). Поэтому скорость распыления зёрен W с такой ориентацией



наименьшая. Для зёрен с ориентацией [110] наблюдается противоположная ситуация: наибольшая плотность упаковки и наименьшая поверхностная энергия и, как следствие, наибольший коэффициент распыления.

Таким образом, вольфрамовые зеркала, облучённые и необлучённые ионами  $W^{+6}$ , при распылении плазмой Ar ведут себя практически одинаково (нет разницы в скорости распыления). При этом: 1) коэффициент отражения нормального падения имеет одинаковую зависимость от флюенса как для облучённой, так и для необлучённой стороны образцов, но различен для различных типов W (деградация  $R$  для W-IG  $\cong 20\%$ , для W-rc  $\cong 2\%$ ); 2) толщина распылённого слоя не зависит ни от предварительного облучения, ни от типа вольфрама; 3) зерно с ориентацией [111] имеет наиболее низкую скорость распыления, а с ориентацией [110] (наиболее плотноупакованная для ОЦК-металлов) — наиболее высокую для двух типов вольфрама.

Очевидно, что рекристаллизованный W-IG может рассматриваться как идеальный материал для ПЗ, так как его оптические характеристики стабильны к модификации поверхности при воздействии факторов ИТЭР. Установленное однозначно различие в скоростях распыления для базовых плоскостей W можно использовать в качестве качественного метода определения их кристаллографических ориентаций в поликристаллическом W.

Сделаны выводы о природе двух типов шероховатости, обнаруженных экспериментально. Показано, что нейтронное облучение, по крайней мере, при той степени дефектообразования, которая будет иметь место в ИТЭР, не будет вносить заметный дополнительный вклад в процессы на поверхности W-rc, которые реализуются под действием атомов перезарядки. Совместное воздействие нейтронов и АП на структуру и оптические свойства сводится к воздействию только АП. Показано, что рекристаллизация W-IG приводит к стабилизации структуры.

## ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА—REFERENCES

1. A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, I. V. Kolenov, V. G. Konovalov, A. A. Savchenko, and O. A. Skoryk, *Phys. Met. Metallogr.*, **114**, No. 8: 703 (2013).
2. A. I. Belyaeva, A. A. Savchenko, A. A. Galuza, and I. V. Kolenov, *AIP Adv.*, **4**, No. 7: 077121 (2014).
3. O. M. Wirtz, *Thermal Shock Behaviour of Different Tungsten Grades under Varying Conditions* (Thesis of Disser.) (Aachen: Techn. Hochsch. Forschungszentrum Jülich: 2012).
4. V. Kh. Alimov, B. Tyburska-Püschel, Y. Hatano, J. Roth, K. Isobe, M. Matsuyama, and T. Yamanishi, *J. Nucl. Mater.*, **420**, Nos. 1–3: 370 (2012).
5. A. Rusinov, M. Sakamoto, H. Zushi, R. Ohyama, K. Honda, I. Takagi, T. Tanabe, and N. Yoshida, *Plasma Fusion Res.*, **7**: 1405105 (2012).

6. T. H. Courtney, *Mechanical Behavior of Materials* (Long Grove: Waveland Press: 2000).
7. A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, P. A. Khaimovich, I. V. Kolenov, A. A. Savchenko, S. I. Solodovchenko, and N. A. Shulgin, *Phys. Met. Metallogr.*, **117**, No. 11: 1215 (2016).
8. O. A. Galuza, A. I. Belyaeva, and A. D. Kudlenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **31**, No. 6: 791 (2009) (in Russian).
9. A. A. Galuza, A. D. Kudlenko, K. A. Slatin, A. I. Belyaeva, and M. M. Smirnov, *Instrum. Exper. Techn.*, **46**, No. 4: 477 (2003).
10. A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, I. V. Kolenov, and A. A. Savchenko, *Probl. Atomic Sci. Technol.*, No. 2 (90): 174 (2014).
11. A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, V. F. Klepikov, V. V. Litvinenko, A. G. Ponomarev, M. A. Sagaidachnii, V. V. Uvarov, and V. T. Uvarov, *Probl. Atomic Sci. Technol.*, No. 2 (93): 191 (2009).
12. M. Balden, A. F. Bardamid, A. I. Belyaeva, K. A. Slatin, J. W. Davis, A. A. Haasz, M. Poon, V. G. Konovalov, I. V. Ryzhkov, A. N. Shapoval, and V. S. Voitsenya, *J. Nucl. Mater.*, **329–333**: 1515 (2004).
13. D. A. G. Bruggeman, *Ann. Phys. Lpz.*, **24**, No. 5: 636 (1935).
14. V. S. Voitsenya, A. F. Bardamid, A. I. Belyaeva, V. N. Bondarenko, G. De Temmerman, V. G. Konovalov, M. Lipa, A. Litnovsky, I. V. Ryzhkov, and B. Schunke, *Plasma Devices Oper.*, **16**, No. 1: 1 (2008).
15. A. F. Bardamid, A. I. Belyaeva, J. W. Davis, M. V. Dobrotvorskaya, A. A. Galuza, L. M. Kapitonchuk, V. G. Konovalov, I. V. Ryzhkov, A. F. Shtan', K. A. Slatin, S. I. Solodovchenko, and V. S. Voitsenya, *J. Nucl. Mater.*, **393**, No. 3: 473 (2009).
16. E. D. Palik, *Handbook of Optical Constants of Solids* (San Diego, California: Academic Press: 1997).
17. H. Fujiwara, *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications* (Chichester: John Wiley and Sons Ltd: 2007).
18. A. I. Belyaeva, A. F. Bardamid, J. W. Davis, A. A. Haasz, V. G. Konovalov, A. D. Kudlenko, M. Poon, K. A. Slatin, and V. S. Voitsenya, *J. Nucl. Mater.*, **345**, Nos. 2–3: 101 (2005).
19. V. S. Voitsenya, A. F. Bardamid, A. I. Belyaeva, V. N. Bondarenko, A. A. Galuza, V. G. Konovalov, I. V. Ryzhkov, A. A. Savchenko, A. N. Shapoval, A. F. Shtan', S. I. Solodovchenko, and K. I. Yakimov, *Plasma Devices Oper.*, **17**, No. 2: 144 (2009).
20. E. Lassner and W.-D. Schubert, *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys and Chemical Compounds* (New York, US: Springer-Verlag: 1999).
21. V. Missol, *Poverkhnostnaya Energiya Razdela Faz v Metallakh* [The Surface Energy of the Phase Interface in Metals] (Moscow: Metallurgiya: 1978) (in Russian).