

На правах рукописи

Шигин Павел Анатольевич

**ЗАХВАТ ВОДОРОДА В ОСАЖДАЕМЫЕ В ПЛАЗМЕ  
УГЛЕРОДНЫЕ СЛОИ**

01.04.08 - физика плазмы

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Автор:

Москва 2009

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор  
Беграмбеков Леон Богданович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор  
Борисов Анатолий Михайлович,  
кандидат физико-математических наук,  
профессор  
Городецкий Александр Ефимович

Ведущая организация: Российский научный центр  
«Курчатовский институт»

Защита состоится «11» ноября 2009 г. в 15.00 на заседании диссертационного совета Д 212.130.05 в НИЯУ МИФИ по адресу: 115409 Москва, Каширское шоссе, 31, Корпус К, ауд. К-608.  
тел. 324-84-96, 324-95-26

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МИФИ.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном экземпляре, заверенный печатью организации.

Автореферат разослан «\_\_\_» октября 2009 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета



И.В. Евсеев

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

Во многих современных токамаках в качестве одного из контактирующих с плазмой материалов используются графиты. Использование графитов в термоядерных установках обусловлено тем, что углерод имеет малый атомный номер; некоторые типы графитов и углеграфитовые композиты (CFC) устойчивы к большим тепловым нагрузкам, срывам плазмы. К отрицательным характеристикам графитов и композитов можно отнести его способность захватывать большие количества водорода, сравнительно высокие коэффициенты физического и химического распыления. Распыленные атомы углерода осаждаются в виде углеродных слоев как на контактирующих с плазмой материалах первой стенки токамаков, так и в теневых частях установки: в тени дивертора или лимитера, в диагностических портах камеры, в откатных патрубках и сорбируют значительные количества изотопов водорода. Исследования [1], проведенные на токамаках, показали, что в Tore Supra до 50 %, в JET до 40 %, в ASDEX Upgrade 3 - 4 % инжектируемого дейтерия аккумулируется в камере, предположительно, в основном в перепыленных углеродных слоях.

Захват газов в материалах первой стенки токамака и пленках является причиной неуправляемой десорбции изотопов водорода в процессе плазменного разряда, что приводит к потере контроля над экспериментом.

Накопление 700 г трития в камере ИТЭР, что соответствует предельно допустимой дозе, может произойти через 500 плазменных разрядов, если ИТЭР будет работать с графитовым дивертором. Согласно современным оценкам большая часть накопленного трития будет сосредоточена именно в перенапыленных углеродных слоях.

Разработка способов уменьшения захвата изотопов водорода в напыленные углеродные слои и методов их обезгаживания оказывается затруднительным из-за того, что до настоящего времени не выполнено систематических и всесторонних исследований процессов захвата и удержания водорода в осаждающиеся углеродные слои. Вследствие этого не выявлены важные закономерности и не ясны механизмы этих процессов. Исследование углеводородных слоев в токамаках сложно с технической точки зрения, требует значительных затрат времени и материальных средств. Имеющиеся разрозненные и часто

противоречивые данные не позволяют выявить зависимости свойств перенасыщенных слоев от условий экспериментов.

В лабораторных установках существует возможность детального изучения свойств получаемых слоев при различных параметрах осаждения. В таких работах были измерены зависимости количества захваченного водорода от энергий ионов углерода и водорода, приходящих на поверхность растущей пленки; показана связь между энергией ионов углерода и структурой пленки. Изучена зависимость структуры углеродных пленок от температуры осаждения. Исследования структуры углеродных слоев, совмещенные с их термодесорбционным (ТДС) анализом, установили связь между температурой десорбции водорода и гибридизацией атомов углерода. Вместе с тем до настоящего времени не выяснен целый ряд вопросов, непосредственно определяющих влияние осаждаемых углеродных слоев на работу токамака, в частности, особенности захвата водорода в растущие слои из нейтральной газовой фазы; влияние скорости осаждения, плазменного облучения и материала подложки на захват газа в формирующийся углеродный слой. Не разработаны механизмы десорбции изотопов водорода из углеродных слоев при их плазменном облучении.

Именно этим вопросам посвящена данная работа. На основе полученных результатов объясняются особенности захвата изотопов водорода в углеродные слои, осаждаемые в токамаках на примере Tore Supra. Даны рекомендации по уменьшению захвата изотопов водорода в углеродные пленки в токамаках.

## **Основные цели и задачи работы**

Исходя из вышесказанного, основные цели работы были сформулированы следующим образом:

1. измерение параметров и выявление закономерностей захвата водорода в углеродные слои в процессе их осаждения: в остаточном газе, в водороде-газе и водородной плазме в зависимости от параметров сопутствующего плазменного облучения; от материала и температуры подложки;
2. измерение параметров и изучение закономерностей захвата изотопов водорода в осажденные углеводородные слои при их облучении дейтериевой плазмой;
3. разработка механизмов захвата и удержания изотопов водорода в углеродных слоях в процессе их осаждения и при последующем плазменном облучении;

4. объяснение на основании полученных результатов особенностей захвата изотопов водорода в углеродные слои, осаждаемые в токамаках на примере токамака Tore Supra;
5. выявление условий, при которых захват изотопов водорода в осажденные углеродные слои окажется наименьшим, и, соответственно, минимизируется рециклинг изотопов водорода в современных токамаках и захват и удержание трития в ИТЭР.

Для реализации целей работы были поставлены и решены следующие задачи:

1. создан напылительный стенд для изучения захвата водорода в осаждаемые углеродные слои;
2. с использованием напылительного стенда исследован захват водорода в углеродные слои, осаждаемые в остаточном вакууме, при различных давлениях нейтрального водорода, при сопутствующем плазменном облучении, на разные материалы подложки, при различных температурах подложки;
3. определены закономерности и механизмы захвата и десорбции изотопов водорода в углеродных слоях;
4. изучено влияние плазменного облучения углеводородных слоев, осажденных плазмо-химическим методом, на содержание в них изотопов водорода;
5. создан материаловедческий зонд и термодесорбционный стенд для токамака Tore Supra, предназначенные для одновременного экспонирования серии образцов в плазме токамака и для анализа захвата изотопов водорода в образцах;
6. с помощью созданных приборов исследован захват изотопов водорода в слоях, осаждаемых в Tore Supra;
7. выявлены и объяснены особенности захвата водорода в углеродные слои, осаждаемые на первой стенке токамака на примере Tore Supra.

**На защиту выносятся следующие результаты, содержащие научную новизну**

1. Параметры и закономерности захвата изотопов водорода в углеводородные слои в процессе их осаждения в остаточном газе вакуумной установки и в атмосфере водорода, в том числе зависимость захвата от давления остаточного газа и водорода-газа, скорости осаждения, температуры и материала подложки.

2. Параметры и закономерности захвата водорода в углеродные слои, осаждаемые при сопутствующем облучении ионами водородной плазмы, в частности, показано, что ионы с достаточно большой энергией ( $E \geq 200$  эВ/атом) могут проникать и захватываться в глубоких слоях пленки, увеличивая концентрацию водорода Н:С до величины 0,4.
3. Закономерности и механизмы захвата дейтерия в углеводородных слоях, облучаемых в дейтериевой плазме, в том числе, обнаружено явление обезгаживания глубоких слоев углеводородной пленки при облучении ионами плазмы.
4. Закономерности и особенности захвата изотопов водорода в углеродные слои, осаждаемые в токамаках. Показано, что захват водорода увеличивается при уменьшении скорости напыления.

### **Научная и практическая значимость работы**

Созданная установка по осаждению углеродных слоев позволяет изучать напыление углеводородных слоев в широком диапазоне экспериментальных параметров, таких как скорость напыления, давление газа, материал и температура подложки. Установка позволяет проводить сопутствующее плазменное облучение осаждаемых углеродных слоев.

Созданы материаловедческий зонд для токамака Tore Supra, предназначенный для одновременного экспонирования десяти образцов в плазме токамака, и термодесорбционный стенд, позволяющий проводить экспресс-анализ образцов, экспонированных в Tore Supra.

Выявлены основные закономерности сорбции водорода в осаждаемых углеродных слоях при различных параметрах осаждения, таких как: скорость осаждения; давление остаточного газа (85%  $H_2O$ ); давление нейтрального водорода; энергия ионов водорода, облучающих осаждаемый слой; материал и температура подложки. Показано, что: захват водорода происходил из сорбированного на поверхности слоя молекул воды; захват увеличивается с уменьшением скорости осаждения; сопутствующее облучение ионами низких энергий не увеличивает захват водорода; захват водорода в слоях, осаждаемых на подложку из пиролитического графита, меньше, чем на нержавеющей сталь. Предложены механизмы захвата и удержания изотопов водорода в углеродных слоях в процессе их осаждения и сопутствующем плазменном облучении.

Определены параметры и закономерности захвата дейтерия в углеводородных слоях и характер модификации состава слоев при их облучении дейтериевой плазмой. Показано, что присутствие водорода облегчает диффузию дейтерия в глубокие слои. В тоже время, дефекты, порождаемые ионной бомбардировкой, стимулируют эмиссию водорода из глубины пленки.

С помощью материаловедческого зонда изучены и объяснены особенности захвата изотопов водорода в напыленных углеродных слоях в Tore Supra. Показано, что захват изотопов водорода в напыляемые в плазме токамака углеродные слои, главным образом, определяется скоростью осаждения слоев.

Сформулированы условия осаждения углеводородных пленок, при которых можно минимизировать захват изотопов водорода в токамаке.

### **Апробация работы**

Основные результаты диссертационной работы были представлены на международных конференциях: «Plasma Surface Interaction» (2004, 2006, 2008), «European Congress on Advanced Materials and Processes» (2005), «International Conference on Fusion Reactor Materials ICFRM-13» (2007), «Взаимодействие ионов с поверхностью» (2005, 2007, 2009); на всероссийских конференциях «Диагностика высокотемпературной плазмы» (2003, 2005, 2007); на международных семинарах «Physical and technical aspects of the neutron source on the base of tokamak for minor actinides transmutation (VNS)» (2004), «Hydrogen in condensed matter» (2003), на международных школах молодых ученых «Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами IHISM» (2008, 2009); на научных сессиях МИФИ (2004–2009). Результаты работы изложены в 8 публикациях в журналах из списка ВАК. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Работа содержит 137 страниц, 77 рисунков, 7 таблиц. Список литературы включает 80 наименований.

# ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

## Введение

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цели работы, показана новизна, научная и практическая значимость полученных результатов, приведены основные положения, выносимые на защиту.

## Глава 1. Обзор литературы по осаждению углеродных слоев в установках термоядерного синтеза и в лабораторных условиях

В первой главе приведены результаты аналитического обзора работ, посвященных изучению захвата изотопов водорода в осажденные углеродные слои (пленки). Рассмотрены основные механизмы сорбции изотопов водорода в углеродных материалах.

Исследования в токамаках, имеющих углеродные контактирующие с плазмой материалы (КПМ), указывают на то, что значительная часть инжектируемого дейтерия аккумулируется в камере, накапливаясь в углеродных слоях. В токамаке Tore Supra до 50 % , в JET до 40 %, в ASDEX Upgrade 3 - 4 % [1] инжектируемого дейтерия аккумулируется в камере. Предположительно, захват дейтерия происходил в графитовых материалах и осажденных пленках. Анализ слоев из этих токамаков показал, что концентрация изотопов водорода в них варьируется от 1 ат.% до 40 ат.% в зависимости от области формирования пленки в камере. В исследованиях, проведенных на токамаках, основное внимание уделялось измерению параметров десорбции изотопов водорода из углеродных слоев. При этом оказывалось трудным с достоверностью судить о закономерностях захвата водорода в напыленных слоях. Остается не ясным механизм десорбции водорода из углеродных пленок. Не существует четких рекомендаций для работы токамаков с графитовыми КПМ, позволяющих уменьшить захват изотопов водорода в углеродных слоях.

Лабораторные исследования проводились, в основном, на углеводородных слоях, осажденных плазмохимическим и ионно-пучковым способом. Измерялись зависимости количества захваченного водорода от энергий ионов углерода и водорода, приходящих на поверхность растущей пленки; показана связь между энергией ионов углерода и структурой пленки [2]. Изучена зависимость структуры углеродных пленок от температуры осаждения [3]. Исследования структуры углеродных слоев, совмещенные с их термодесорбционным (ТДС) анали-



зом, установили связь между температурой десорбции водорода и гибридизацией атомов углерода [4]. Было найдено, что десорбция водорода в низкотемпературной части ТДС спектров (600 - 1050 К) соответствует десорбции водорода из комплексов  $sp_3$ -CD, а высокотемпературная десорбция в диапазоне 1050 - 1350 К происходит при разрушении комплексов  $sp_2$ -CD. Образование комплексов  $sp_3$ -CD отмечалось в зоне торможения ионов при облучении графитов ионами дейтерия [5]. Вместе с тем до настоящего времени не исследован целый ряд принципиальных вопросов, касающийся захвата и удержания водорода, в частности, особенности захвата водорода в растущие слои из нейтральной газовой фазы; влияние скорости осаждения, плазменного облучения и материала подложки на захват газа в формирующийся углеродный слой. Не разработаны механизмы десорбции изотопов водорода из углеродных слоев при их плазменном облучении.

Обзор литературы показал, что существует потребность в детальном исследовании закономерностей механизмов захвата и удержания изотопов водорода в углеродных слоях в зависимости от условий осаждения и необходимость определения условий, при которых захват и удержание изотопов водорода могут быть уменьшены до минимальных значений. На основе Обзора сформулированы основные цели и задачи данной работы.

## Глава 2. Исследование захвата водорода в углеродных слоях, напыленных методом осаждения сублимированного углерода

Напыление углеродных слоев проводилось на экспериментальной стенде, схема которого показана на рисунке 1. Испаритель углерода (1) образован двумя графитовыми стержнями, контактирующими друг с другом торцами. При пропускании электрического тока через стержни место их контакта раскаляется и происходит испарение графита. Испаренные атомы углерода достигают подложку (2) через отверстие в корпусе испарителя. Ионный

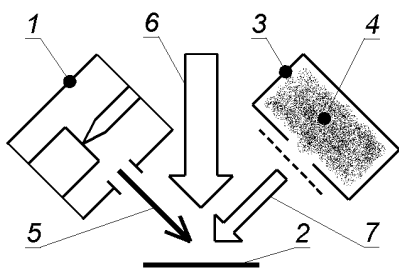


Рис. 1. Схема стенда для напыления углеводородных слоев. 1 – испаритель графита, 2 – подложка, 3 – плазменная камера, 4 – плазма, 5 – поток атомов углерода, 6 – поток молекул нейтральных газов, 7 – поток ионов.

источник (3) представляет собой плазменную камеру с вытягивающим электродом. В плазменной камере зажигался разряд в водороде, и ионы вытягивались на поверхность растущей пленки.

Основной массив исследований проведен с углеродными слоями, напыляемыми на подложки из нержавеющей стали 12X18H10T. Пленки осаждались в остаточном газе ( $P_{\Sigma} = 10^{-3} - 10^{-2}$  Па,  $P_{H_2O} = 85\%P_{\Sigma}$ ); в атмосфере водорода ( $P_{H_2} \sim 10^{-3} - 1$  Па); в атмосфере водорода ( $P_{\Sigma} \sim 8 \cdot 10^{-1}$  Па) и при сопутствующем облучении ионами водородной плазмы ( $j \sim 1,2 \cdot 10^{15} - 6 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>). Плазма зажигалась между анодом и накальным вольфрамовым катодом. Температура подложек при напылении поддерживалась равной 300 К. Толщина напыленных пленок варьировалась от 0,2 до 1 мкм. Скорость напыления варьировалась от 0,07 до 4 нм·с<sup>-1</sup>.

Для исследования влияния материала подложки на захват водорода в пленках были проведены эксперименты с осаждением пленок на подложки из пиролитического графита PG-99 (PG) и нержавеющей стали 12X18H10T (SS). Перед осаждением пленок подложки PG отжигались до температуры 1600 К, подложки SS до 1200 К.

Температура подложек при изучении температурной зависимости захвата водорода менялась в интервале 300 - 1000 К.

Количество захваченного водорода и особенности его удержания определялись методом термодесорбционной спектроскопии (ТДС) на стенде, описанном в работе [6]. Скорость нагрева пленок при анализе составляла 3 К·с<sup>-1</sup>. Максимальная температура нагрева образца была 1500 К.

2.1. Углеродные пленки, напыляемые в остаточном газе. В экспериментах варьировалось давление остаточного газа в диапазоне  $10^{-3} - 10^{-2}$  Па. Два эксперимента при давлении  $10^{-2}$  Па были сделаны при скоростях напыления 0,05 и 0,22 нм·с<sup>-1</sup>. Показано, что

- концентрация водорода Н:С во всех пленках, напыленных в остаточном газе, вне зависимости от давления и скорости осаждения практически постоянна и равняется

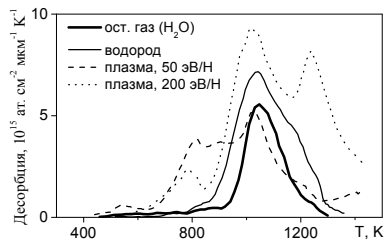


Рис. 2. ТДС спектры пленок, осажденных в остаточном газе (H<sub>2</sub>O), в атмосфере водорода (0,15 Па), совместно с плазменным облучением.

$0,1 \pm 0,01$ ;

▪ концентрация кислорода O:C вне зависимости от давления остаточного газа и скорости напыления составляет  $0,04 \pm 0,01$ .

Одинаковое количество сорбированного водорода в пленках, осажденных с разными скоростями и при различных давлениях, говорит о том, что количество активных центров, обеспечивающих диссоциация молекул воды по схеме  $H_2O \rightarrow H + OH$  [7], и последующую сорбцию водорода оставалось постоянным вне зависимости от скорости напыления и давления остаточного газа. Сделано заключение, что захват водорода и кислорода происходил из сорбированного на поверхности слоя молекул воды.

Термодесорбционные спектры оказались одинаковы для всех пленок вне зависимости от давления остаточного газа и скорости напыления. Выход водорода происходил в интервале 900 - 1300 К (рис.2), и максимум десорбции находился при 1000 - 1100 К. Идентичность спектров термодесорбции пленок вне зависимости от условий осаждения позволяет сделать вывод о том, что механизм захвата водорода был одинаковым для всех пленок.

## 2.2. Осаждение пленок в атмосфере

водорода. Осаждение углеродных слоев проводилось при разных давлениях водорода и скоростях напыления. Параметры осаждения и концентрация водорода в пленках приведены в таблице 1. Показано, что концентрация

Таблица 1.

	0,15 Па	1,2 Па
0,57 нм·с <sup>-1</sup>	0,16	0,15
0,2 нм·с <sup>-1</sup>	0,21	0,23
0,04 нм·с <sup>-1</sup>	0,38	0,41

водорода при выбранных экспериментальных параметрах практически не зависит от давления водорода. Аналогичная закономерность была обнаружена в [8]. Сделан вывод, что поверхность растущих слоев покрыта сорбированным слоем молекул, изменение концентрации которых с ростом давления не происходит.

Зависимость концентрации водорода (рис. 3) в пленках от скорости напыления  $v$  в диапазоне 0,04-0,56 нм·с<sup>-1</sup> измерялась при давлении 0,15 Па. Изменение концентрации водорода в пленках в зависимости от времени напыления одного монослоя, которое связано со скоростью напыления соотношением  $t = 0,3/v$ , хорошо аппроксимируется зависимостью:

$$H:C = 0,4 \cdot (1 - \exp(-t / \tau_H)), \quad (2.1)$$

где  $\tau_H \approx 1,8$  с – характерное время захвата атома водорода в моно-слой. Вид зависимости свидетельствует о том, что

- водород захватывается в пленки до достижения максимальной концентрации  $H:C = 0,4$ , которая соответствует «концентрации насыщения» зоны торможения ионов в плотных графитах при  $T = 300$  К [9];

- характерное время  $\tau_H$  постоянно в исследованном диапазоне экспериментальных параметров.

Подставив экспериментально полученное характерное время сорбции водорода в монослой углерода  $\tau_H = 1,8$  с в уравнение Френкеля  $\tau = \tau_0 \cdot \exp(E / kT)$ , где  $\tau_0 \sim 10^{-13}$  с характерный период колебаний атомов в твердом теле, энергия сорбции водорода на поверхности растущей пленки получается равной  $E \approx 0,8$  эВ.

Формы термодесорбционных спектров (рис.2) не сильно отличались от тех, что были получены при захвате водорода из молекул воды, свидетельствуя о том, что природа водородных ловушек в обоих случаях одинакова.

Концентрация кислорода  $O:C \approx 0,03 - 0,04$  оказалась практически неизменной по сравнению с предыдущими экспериментами. Это говорит о том, что вероятность захвата кислорода из сорбированного на поверхности слоя молекул воды слабо зависит от давления водорода в диапазоне  $1 \cdot 10^{-2} - 1,2$  Па.

2.3. Углеродные пленки, напыленные с сопутствующим плазменным облучением. Напыление проводилось совместно с бомбардировкой ионами водорода, вытягиваемыми из плазмы. Давление водорода было 0,8 Па. Параметры напыления и концентрация водорода в полученных пленках приведены в таблице 2. Для сравнения в первой строке приведены данные для пленки без плазменного облучения.

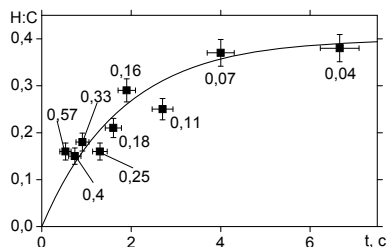


Рис. 3. График зависимости концентрации водорода в пленках, осажденных в атмосфере нейтрального водорода, от времени напыления одного монослоя. Около каждой точки указана соответствующая ей скорость напыления  $v$ ,  $\text{нм} \cdot \text{с}^{-1}$ .

Таблица 2. Параметры осаждения и концентрация водорода в пленках напыленных с сопутствующим плазменным облучением.

$v$ , $\text{нм}\cdot\text{с}^{-1}$	$E$ , $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$	$j$ , $\text{см}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$	$\Phi$ , $\text{см}^{-2}$	H:C
0,18	без облучения			0,22
0,14	50	$(2 - 5,3)\cdot 10^{14}$	$(0,8 - 2,3)\cdot 10^{18}$	0,18
	200	$7,5\cdot 10^{14}$	$4,4\cdot 10^{18}$	0,41
0,07	100	$2,1\cdot 10^{15}$	$7,6\cdot 10^{18}$	0,2
	200	$(0,7 - 2,1)\cdot 10^{15}$	$(2,2 - 6,6)\cdot 10^{18}$	0,37

ТДС спектры некоторых пленок, напыленных при облучении ионами с энергией 50 и 200  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$ , показаны на рисунке 2.

Видно, что

- сопутствующая бомбардировка ионами водорода с энергией 50 и 100  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$  не увеличивала концентрацию водорода в пленках относительно напыления без облучения, когда скорость напыления, плотность ионного тока и флюенс находились в интервалах, приведенных в таблице 2;

- облучение с энергией 200  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$  приводило к повышению концентрации водорода H:C от 0,2 к 0,4 вне зависимости от скорости осаждения и флюенса.

В ТДС спектрах при ионной бомбардировке появляются дополнительные пики при 750 - 800 К и при 1200 - 1300 К. Форма спектров свидетельствует о том, что закономерности захвата дейтерия в формирующейся пленке существенно отличаются от того, что наблюдалось на массивных графитах. Сравнение ТД спектров пленок и массивных графитов [6, 10] с учетом результатов анализа зависимости положения максимумов на спектрах ТДС от типа ловушек водорода позволили сделать следующие выводы:

- в отсутствие ионной бомбардировки структура напыленных слоев подобна структуре зоны торможения ионов в графите;

- появление пиков при 800 К свидетельствует о том, что ионная бомбардировка инициирует захват водорода в комплексы  $\text{sr}_3\text{-CH}$  [4] в приповерхностные слои за счет потенциального взаимодействия ионов с поверхностью [10];

- высокотемпературное плечо в области 1200-1300 К на спектре при облучении ионами с энергией 50  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$  и максимум на спектре при этих температурах при облучении ионами с энергией 200  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$  указывают на то, что имплантируемые ионы стимулируют, особенно ионы с энергией 200  $\text{эВ}\cdot\text{н}^{-1}$ , диффузию дейтерия в глубокие и, до

определенной степени, структурированные слои пленки [10] и его захват в комплексы  $sp^2$ -CH [4].

Концентрация кислорода  $O:C \approx 0,02$  в слоях не зависела от энергии облучающих ионов. Единственным источником кислорода, захваченного в осажденных слоях, могли быть молекулы воды. Поскольку концентрация кислорода в слоях слабо зависела от давления газа можно утверждать, что захват кислорода происходил благодаря диссоциации сорбированных на поверхности молекул воды и последующему захвату атомов кислорода. Уменьшение захвата кислорода при ионной бомбардировке может объясняться уменьшением концентрации молекул воды на поверхности при ионном облучении.

1.4. Зависимость захвата водорода в углеводородные пленки от материала и температуры подложек. Проводилось напыление пленок в атмосфере водорода при давлении 0,15 Па на подложки SS и PG со скоростью  $0,18 \text{ нм}\cdot\text{с}^{-1}$ . Температура подложек варьировалась от 370 до 1000 К.

В экспериментах показано, что до температур  $\approx 700 \text{ К}$  концентрация водорода в пленках, осажденных на PG, в два раза меньше, чем на SS (рис.4). Этот факт, а также появление в спектрах ТДС пленок (рис. 5) на графите пика на 1250 К, свидетельствующего о десорбции водорода из комплексов  $sp^2$ -CH [4], позволили сделать заключение о более высокой степени упорядоченности структуры (графитизации) пленок, сформированных на PG. В свою очередь, большая степень графитизации могла быть следствием существования зародышей кри-

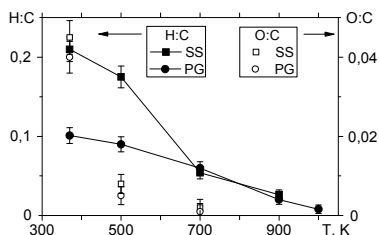


Рис. 4. График зависимости концентрации водорода H:C и кислорода O:C в пленках, осажденных на подложки из нержавеющей стали (SS) и пиролитического графитов (PG), от температуры подложек. Соединительные линии показаны для наглядности.

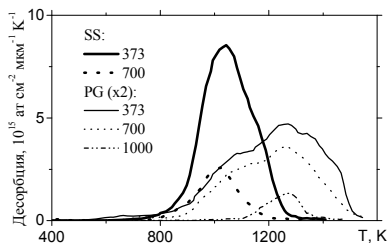


Рис.5. ТДС спектры водорода из пленок, осажденных на подложки из нержавеющей стали и пиролитического графитов при различных температурах подложек.

сталлизации на поверхности графитовой подложки.

Резкое уменьшение захвата кислорода в пленках, напыленных при  $T > 370$  К (рис.4), объяснено значительным уменьшением сорбции молекул воды с ростом температуры в области 370 - 500 К. Действительно, оценка, проведенная с помощью уравнения  $\tau = \tau_0 \cdot \exp(E/kT)$ ,  $E_{\text{H}_2\text{O}} \approx 1$  эВ [7], показывает, что в диапазоне температур 370-500 К время жизни  $\tau$  молекулы воды на поверхности графита, имеющей дефекты, меняется на 4 порядка величины от  $\sim 10$  и до  $\sim 10^{-3}$  с. Соответственно, уменьшается захват водорода из молекул воды при  $T \approx 500$  К.

Надо отметить, что 5 - 10% захваченного в пленки водорода десорбировалось в виде углеводородных молекул, преимущественно (до 90%) в составе метана. Десорбция метана незначительно увеличивалась с повышением давления нейтрального водорода. Сопутствующее плазменное облучение также приводило к увеличению выхода водорода в составе метана (до 15%) по сравнению с пленками, осажденными без ионного облучения. По-видимому, рост десорбции метана говорит об увеличивающейся разрушенности углеродной структуры.

### **Глава 3. Особенности захвата и десорбции и изотопов водорода при плазменном облучении напыленных углеводородных слоев**

В экспериментах исследовалось внедрение ионов дейтерия в углеводородную пленку, его распределение по глубине, характер десорбции водорода из пленок в процессе облучения.

Углеводородные пленки осаждались в плазмохимическом реакторе. Полученные пленки переносились в установку ионно-плазменного облучения и термодесорбционного анализа, где облучались вытягиваемыми из дейтериевой плазмы ионами дейтерия. После облучения ионами дейтерия образец подвергался распылению, в процессе которого удалялся поверхностный слой пленки заданной толщины. Затем, в той же установке методом ТДС определялось количество дейтерия и водорода в оставшейся части пленки.

3.1. Методика проведения экспериментов. Плазмохимическое осаждение пленок проводилось в газовом разряде с накальным катодом, зажигаемом на смеси газов  $\text{C}_3\text{H}_8$  (55%),  $\text{C}_4\text{H}_{10}$  (40%) и аргона (5%). Плазма зажигалась между анодом и накальным вольфрамовым катодом. В качестве подложек использовалась нержавеющая сталь 12X18N10T. Температура подложек при осаждении пленок поддержи-

валась равной 700 К. Скорость напыления углеводородных слоев была  $0,35 \pm 0,03 \text{ нм} \cdot \text{с}^{-1}$ , толщина покрытия получалась равной  $2,5 \pm 0,3 \text{ мкм}$ . Концентрация водорода в пленках была  $\sim 0,19 \pm 0,03 \text{ H:C}$ .

Бомбардировка напыленных пленок ионами дейтерия проводилась с плотностью ионного потока  $1 \cdot 10^{16} \text{ D}^+ \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ . Средние энергии ионов были 50 и 400  $\text{eV} \cdot \text{D}^{-1}$ , флюенс  $5 \cdot 10^{19} \text{ D}^+ \cdot \text{см}^{-2}$ . Температура подложек в процессе бомбардировки была 500 К.

После имплантации пленки ионами дейтерия в той же разрядной камере установки зажегся разряд на аргоне и пленка распылялась бомбардировкой ионами аргона. В процессе распыления удалялся слой в диапазоне от 20 до 900 нм. Энергия ионов аргона была выбрана равной 300 эВ, поскольку при такой энергии глубина зоны торможения оказывается много меньше толщины распыляемого слоя. Оставшаяся после распыления часть пленки анализировалась методом ТДС. Скорость нагрева образцов при ТДС анализе была  $5 \text{ K} \cdot \text{с}^{-1}$ .

Подобные экспериментальные процедуры проводились с несколькими пленками.

Полученные экспериментальные зависимости десорбции молекул  $\text{D}_2$  и HD от толщины удаленного слоя сглаживались методом наименьших квадратов. По сглаженным экспериментальным кривым рассчитывались распределения по глубине  $\text{D}_2$  и HD. Общее количество дейтерия рассчитывалось по формуле:

$$N_{\text{D}} = N_{\text{HD}} + 2 \cdot N_{\text{D}_2} + \sum_{X=1}^4 X \cdot N_{\text{CH}_{4-X}\text{D}_X} \quad (3.1)$$

Распределения концентраций D:C по глубине, рассчитанные с помощью (3.1), показаны на рис.6.

3.2. Расчет десорбции водорода. Десорбция водорода происходила из всего объема пленки толщиной  $\sim 2 \text{ мкм}$ , и на ее фоне вклад водорода, выходящего из поверхностных слоев пленки (0 - 200 нм), был плохо различим. Поэтому, расчет выхода водорода из поверхностной области был проведен с использованием количеств  $N$  десорбирующихся молекул  $\text{D}_2$  и HD, исходя из системы уравнений:



$$\begin{cases} N_{H_2} = k_H \cdot [H]^2 \\ N_{HD} = k_{HD} \cdot [H] \cdot [D] \\ N_{D_2} = k_D \cdot [D]^2 \end{cases} \quad (3.2)$$

Квадратными скобками обозначена атомарная концентрация,  $k_H$ ,

$k_{HD}$  и  $k_D$  – коэффициенты рекомбинации, включающие в себя коэффициенты пропорциональности атомарной концентрации количеству частиц в слое, содержащим дейтерий. Они принимались равными друг другу. Использование (3.2) оправдано тем обстоятельством, что как было показано в [11], образование молекул  $H_2$ ,  $HD$  и  $D_2$  происходит в объеме пленки в месте выхода атомов из ловушек. Решением системы (3.2) является формула

$$N_{H_2} = N_{HD}^2 / N_{D_2}. \quad (3.3)$$

Общее количество водорода, выходящего из поверхностных слоев, рассчитывалось по формуле:

$$N_H = N_{HD} + 2 \cdot N_{H_2} + \sum_{X=1}^3 X \cdot N_{CH_XD_{4-Y}} \quad (3.4)$$

Распределения концентраций H:C по глубине, рассчитанные с помощью (3.3) и (3.4), показаны на рис.6.

Экспериментальные результаты демонстрируют, что:

- понижение концентрации водорода в слоях происходило на глубинах в несколько раз больших ширины зоны торможения;
- концентрация водорода H:C в пленках понижалась не из-за изотопного обмена дейтерия с водородом, о чем говорит то, что концентрация (H+D):C после облучения меньше, чем концентрация водорода была до облучения;
- концентрация водорода в поверхностных слоях понижалась сильнее после ионной бомбардировки с энергией  $50 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ , чем с энергией  $400 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ .

3.3. Расчет профиля концентрации дейтерия. Проникновение внедренных частиц в глубину углеродных материалов за зону торможения обычно относят за счет диффузионных процессов. Для того,

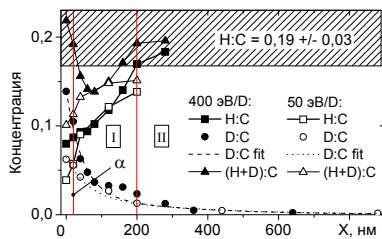


Рис. 6. Распределения концентраций изотопов водорода в пленках, облученных ионами дейтерия с энергиями 50 и  $400 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ . D:C fit – расчет по диффузионной модели,  $\alpha$  – условная граница зоны торможения.

чтобы оценить роль диффузии в экспериментально наблюдаемом распространении дейтерия в глубину напыленных пленок был проведен расчет распределения дейтерия на основе диффузионного уравнения.

Расчет проводился для глубины пленки много большей глубины зоны торможения ионов, поэтому, принималось, что концентрация дейтерия  $n_0$  максимальна на поверхности пленки, которая расплывается со скоростью  $w$ . Влияние водорода в пленке на диффузию дейтерия не учитывалось.

Уравнение диффузии с начальными условиями имеет вид:

$$\begin{cases} \frac{\partial n}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 n}{\partial x^2} \\ n(x, t) = n(x - w \cdot t) \\ n_0 = n \cdot (x - w \cdot t) \Big|_{x=w \cdot t} \end{cases} \quad (3.5),$$

где  $n$  – концентрация дейтерия на глубине  $x$ ,  $t$  – время облучения,  $D$  – коэффициент диффузии. Решением системы (3.5) является функция

$$n(x) = n_0 \cdot \exp(-w \cdot x / D) \quad (3.6)$$

выражающая собой экспоненциальное распределение концентрации дейтерия по глубине пленки.

Удовлетворительное согласие с экспериментальным распределением дейтерия по глубине наблюдается, если разделить распределение концентрации на две области I (0 - 200 нм) и II (200 - 900 нм) с различными начальными концентрациями и показателями экспонент. Для облучения с энергией 400 эВ·D<sup>-1</sup> (рис.7б):

$n(x) = 0,115 \cdot e^{-x/45} + 0,025 \cdot e^{-x/270}$ . При  $w = 0,07$  нм·с<sup>-1</sup>,  $D_I = 3 \cdot 10^{-14}$  см<sup>2</sup>·с<sup>-1</sup>,  $D_{II} = 2 \cdot 10^{-13}$  см<sup>2</sup>·с<sup>-1</sup>. Полученные коэффициенты диффузии

значительно превосходят максимальные известные коэффициенты  $D \sim 10^{-15} - 10^{-17}$  см<sup>2</sup>·с<sup>-1</sup> при температуре 500 К, полученные на графитовых материалах [12]. Различие  $D$  примерно в 10 раз для областей I и II, по-видимому, объясняется большим количеством дефектов в зоне I, о чем говорит десорбция HD и D<sub>2</sub> в интервале 600 - 1050 К. В [13] было показано, что наличие дефектов понижает диффузию изотопов водорода в графитах. По этой же причине концентрация водорода в

слоях глубиной до 50 нм уменьшалась сильнее при бомбардировке с энергией  $50 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ , чем с энергией  $400 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ , так как ионы с энергией  $400 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$  производили большее количество дефектов и препятствовали транспорту водорода к поверхности. Еще одним обстоятельством, уменьшающим скорость диффузии в области I по сравнению с областью II, является пониженная концентрация водорода, что уменьшает вероятность протекания изотопного обмена дейтерия с водородом. На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы:

- коэффициент диффузии изотопов водорода в углеводородных слоях на несколько порядков величины больше, чем в графитах;
- разрушенность структуры углеводородных слоев уменьшает скорость диффузии.

#### Глава 4. Исследование углеводородных слоев, напыленных в токамаке Торе Супра

Токамак Tore Supra обеспечивает удержание плазмы в течение нескольких минут [14], поэтому он является удобным объектом для проведения материаловедческих исследований. Его основные КПП это нержавеющая сталь камеры ( $70 \text{ м}^2$ ) и графит CFC ( $14 \text{ м}^2$ ).

Изучение напыленных углеродных слоев в плазме Tore Supra проводилось с помощью материаловедческого зонда (рис.7). В зонде фиксировались 10 образцов, 5 из которых были ориентированы к ионному потоку (B) и 5 к электронному потоку плазмы (A). Зонд закрыт кожухом из CFC, в котором напротив каждого образца имеются отверстия для облучения. «Нижний» образец (#1) вводился в плазму примерно до уровня последней замкнутой магнитной поверхности на расстоянии  $0,72 \text{ м}$  от оси плазмы.

Зонд погружался в плазму на время  $\approx 100 \text{ мс}$  до 10 раз в течение одного разряда. В погруженном в плазму положении на образцы A1 и B1 приходил ток до  $10 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$  с плотностью энергии до  $5 \text{ кВт} \cdot \text{см}^{-2}$ . Осаждение углеродных слоев на подложки происходило за счет атомов углерода, распыленных с внешней поверхности кожуха зонда и с боковых

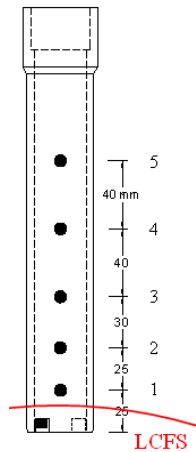


Рис.7. Схема зонда и его расположение относительно последней закрытой магнитной поверхности (LCFS).

поверхностей отверстий кожуха. Температура образцов при облучении не превышала 600 К. Скорость напыления углеродного слоя на разных образцах варьировалась от 2 до 40 нм·с<sup>-1</sup>. Толщина пленок измерялась на образцах с номерами #1 - #3.

Осаждение углеродных слоев проводилось на подложки из CFC и из CFC с покрытием В<sub>4</sub>С (далее В<sub>4</sub>С).

Структурный рентгеновский анализ бороуглеродного покрытия показал, что отношение В:С близко к стехиометрическому 4:1. В

Таблица 3. Концентрации углерода, бора, кислорода, азота в слое (образец В2), осажденном в токамаке Tore Supra.

Элемент	C, %	B, %	O, %	N, %	B:C
На поверхности	74,6	11,4	14,1	0	0,15
После распыления 30 нм	66,3	13,5	14,2	6,02	0,20
После распыления 50 нм	64,5	16,4	11,4	7,59	0,25

таблице 3 приведены концентрации В, С, О, N в осажденном слое образца В2. Несмотря на то, что толщина напыленного слоя была 1 мкм, на его поверхности присутствовало заметное количество атомов бора, продифундировавших из подложки.

Поскольку при ТДС анализе регистрировалось общее количество водорода, выходящее из подложки и осажденного слоя, то количество водорода, десорбирувавшегося только из пленки, рассчитывалось из количеств HD и D<sub>2</sub> по методике, описанной в Главе 3.

Параметры осаждения углеродных слоев и концентрации в них изотопов водорода представлены в таблице 4.

Форма ТДС спектров HD и D<sub>2</sub>

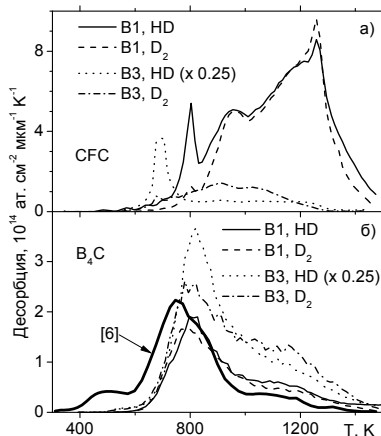


Рис.8. ТДС спектры из слоев, осажденных в Tore Supra на подложках из CFC (а) и В<sub>4</sub>С (б). На рис. 5б показан спектр водорода, полученный при имплантации В<sub>4</sub>С ионами с энергией 100 эВ·Н<sup>-1</sup> и флюенсом 6·10<sup>19</sup> Н<sup>+</sup>·см<sup>-2</sup> [6] (десорбция по оси Y в 10<sup>14</sup> атом·см<sup>-2</sup>·К<sup>-1</sup>).

Таблица 4. Параметры слоев, осажденных в Tore Surra, количество и концентрация в них изотопов водорода.

Обра- зец	$\Phi$ , $D/cm^2$	$\langle E \rangle$ , $eV \cdot D^{-1}$	$\nu$ , нм/с	H, ат./ $cm^2$	HD, ат./ $cm^2$	D, ат./ $cm^2$	D:C	(H+D):C	
CFC	A1	$8,1 \cdot 10^{18}$	255	18,9	$4,7 \cdot 10^{17}$	$1,1 \cdot 10^{17}$	$3,2 \cdot 10^{17}$	0,16	0,38
	A2	$2,1 \cdot 10^{18}$	193	4	—	$5,5 \cdot 10^{16}$	$1,2 \cdot 10^{17}$	0,18	—
	B1	$2,3 \cdot 10^{19}$	306	25,8	$8,3 \cdot 10^{17}$	$2,1 \cdot 10^{17}$	$6,2 \cdot 10^{17}$	0,11	0,26
	B2	$8,3 \cdot 10^{18}$	221	14,4	$5,3 \cdot 10^{17}$	$1,2 \cdot 10^{17}$	$3,4 \cdot 10^{17}$	0,14	0,35
	B3	$2,2 \cdot 10^{18}$	156	5,7	—	$5,5 \cdot 10^{16}$	$1,2 \cdot 10^{17}$	0,19	—
B <sub>4</sub> C	A1	$4,1 \cdot 10^{19}$	255	16,2	$3,2 \cdot 10^{17}$	$1 \cdot 10^{17}$	$2,9 \cdot 10^{17}$	0,03	0,06
	A2	$1,6 \cdot 10^{19}$	193	10,7	$2,9 \cdot 10^{17}$	$7 \cdot 10^{16}$	$1,6 \cdot 10^{17}$	0,03	0,09
	A3	$4,0 \cdot 10^{18}$	138	2,9	—	$4,9 \cdot 10^{16}$	$8,8 \cdot 10^{16}$	0,1	—
	B1	$9,9 \cdot 10^{19}$	306	32,5	$3,5 \cdot 10^{17}$	$1,1 \cdot 10^{17}$	$3,7 \cdot 10^{17}$	0,02	0,04
	B3	$1,2 \cdot 10^{19}$	156	8,1	—	$1 \cdot 10^{17}$	$1,7 \cdot 10^{17}$	0,07	—

(рис.8) из пленок, осажденных на CFC, подобна спектрам пленок, напыленных в лабораторных условиях с сопутствующим плазменным облучением (рис.2). В частности, растущие слои, облучаемые ионами с энергией 200 - 300 эВ·D<sup>-1</sup> (#1, #2), демонстрировали значительную десорбцию HD и D<sub>2</sub> в интервале 1050 - 1250 К, в то время как большая часть HD и D<sub>2</sub> с образца #3, бомбардируемого с энергией 150 - 200 эВ·D<sup>-1</sup>, выходила в области температур 700 - 1050 К. Следовательно, захват изотопов водорода в образцах 1 и 2 проходил, главным образом, по «кинетическому» механизму; захват в 3 – по «потенциальному» [10].

Десорбция изотопов водорода из всех пленок, напыленных на B<sub>4</sub>C, преимущественно происходила в области низких температур (700-1000 К). Аналогичная форма спектров наблюдалась при бомбардировке карбида бора ионами водорода (рис.8б) [6]. В [15] пик термической десорбции водорода из карбида бора в районе 600 - 700 К был сопоставлен с выходом водорода из комплексов B-H; пик на 1000 К – из C-H комплексов. Следовательно, уменьшение количества изотопов водорода, десорбирующихся в области 1000 К, свидетельствует о понижении сорбции водорода на атомах углерода.

Результаты экспериментов позволили сделать следующее заключение:

- захват водорода и дейтерия в слоях, осажденных на покрытие B<sub>4</sub>C, был в несколько (2,7 - 6) раз меньше, чем в слоях, осажденных на CFC;

- количество захваченных изотопов водорода слабо зависело от энергий ( $156 - 255 \text{ эВ}\cdot\text{D}^{-1}$ ) и флюенса ионов дейтерия (табл. 4) на поверхность растущей пленки;

- захват дейтерия и водорода в пленках, осажденных на CFC и  $\text{V}_4\text{C}$ , повышался при уменьшении скорости осаждения. В частности, концентрация D:C в слоях на CFC повышалась от 0,11 до 0,19 при уменьшении  $\nu$  от 25,8 до 4  $\text{нм}\cdot\text{с}^{-1}$ ; в слоях, осажденных на  $\text{V}_4\text{C}$ , D:C увеличивалась от 0,02 до 0,1 при снижении  $\nu$  от 32,5 до 2,9  $\text{нм}\cdot\text{с}^{-1}$ ;

- несмотря на то, что скорости напыления в токамаке и в лабораторных условиях различаются более, чем на порядок величины, механизм захвата оказывается одинаковым в обоих случаях;

- при плазменном облучении растущих слоев ионами дейтерия с энергиями 0 - 200  $\text{эВ}\cdot\text{D}^{-1}$  захват идет преимущественно по «потенциальному» механизму; при энергиях  $> 200 \text{ эВ}\cdot\text{D}^{-1}$  наблюдается «кинетический» захват.

## Основные результаты работы

1. Найдены закономерности захвата водорода в углеводородные пленки, напыленные: в остаточном газе вакуумной установки; в нейтральном водороде; при сопутствующем плазменном облучении; при разных температурах подложки; на разные материалы подложки. Показано, что:

1) при напылении в остаточном газе (85%  $\text{H}_2\text{O}$ ) концентрация водорода в пленках не зависит от давления остаточного газа и не превышает величину  $\text{H}:\text{C} = 0,1 \pm 0,01$ ; концентрация кислорода не превышает 4 %. Сделан вывод, что захват водорода и кислорода происходил из сорбированного на поверхности слоя молекул воды;

2) при напылении в атмосфере нейтрального водорода концентрация водорода не зависит от давления водорода, но возрастает при уменьшении скорости напыления, достигая предельного значения  $\text{H}:\text{C} = 0,4 \pm 0,04$  при скорости осаждения 0,04  $\text{нм}\cdot\text{с}^{-1}$ ;

3) сопутствующее напылению низкоэнергетичное облучение (50 - 100  $\text{эВ}/\text{атом}$ ) ионами дейтерия углеводородных пленок, напыленных в атмосфере водорода, не влияет существенно на концентрацию водорода в пленке; сопутствующее высокоэнергетичное ( $\geq 200 \text{ эВ}/\text{атом}$ ) облучение повышает концентрацию водорода в пленках до 0,4. Сделано заключение, что при сопутствующем плазменном облучении ионами низких энергий захват водорода происходит по потенциаль-

ному механизму; при высокоэнергетичном облучении – по кинетическому;

4) до температур  $\approx 700$  К концентрация водорода в пленках, осажденных на пиролитический графит, в два раза меньше, чем на нержавеющей сталь; при температурах 700 и 900 К материал подложки не оказывает влияние на захват водорода в пленки, при этом концентрация водорода Н:С снижается до 0,05 и 0,02 соответственно. Сделан вывод, что углеродные слои, осаждаемые на подложку из пиролитического графита, имеют более высокую степень графитизации, чем пленки на нержавеющей стали;

5) повышение температуры подложки до 500 К понижает захват кислорода из молекул воды более, чем в 10 раз.

2. Эксперименты по облучению ионами дейтерия уже осажденных углеводородных слоев показали, что:

1) понижение концентрации водорода в слоях происходило на глубинах в несколько раз больших ширины зоны торможения;

2) концентрация водорода в поверхностных слоях толщиной до  $\sim 50$  нм понижалась сильнее после ионной бомбардировки с энергией  $50 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ , чем с энергией  $400 \text{ eV} \cdot \text{D}^{-1}$ ;

3) концентрация водорода Н:С в пленках понижалась не из-за изотопного обмена дейтерия с водородом, а вследствие транспорта дефектов из зоны торможения в глубокие слои;

4) диффузия изотопов водорода в углеводородных слоях оказывается на несколько порядков величины больше, чем в графитах, при этом, разрушенность структуры углеводородных слоев уменьшает скорость диффузии.

3. Обнаружены особенности захвата водорода в слоях, осаждаемых в Tore Supra. Показано, что:

1) захват водорода и дейтерия в слоях, осажденных на покрытие  $\text{V}_4\text{C}$ , был в несколько (2,7-6) раз меньше, чем в слоях, осажденных на СFC. Сделан вывод, что уменьшение захвата в слоях на  $\text{V}_4\text{C}$  происходит из-за понижения сорбции водорода на атомах углерода;

2) количество захваченных изотопов водорода слабо зависело от энергий ( $156 - 255 \text{ эВ} \cdot \text{D}^{-1}$ ) и флюенса ионов дейтерия на поверхность растущей пленки;

3) захват водорода и дейтерия повышался при уменьшении скорости осаждения;

4) несмотря на то, что скорости напыления в токамаке и в лабораторных условиях различаются более, чем на порядок величины, механизм захвата оказывается одинаковым в обоих случаях.

### Цитированная литература

1. T. Loarer. Fuel retention in tokamaks // *J. Nucl. Mater.* 2009. V. 390–391. P. 20.
2. J.W. Zou, K. Reichelt, K. Schmidt, B. Dischler. The deposition and study of hard carbon films // *J. Appl. Phys.* 1989. V. 65. P. 3914а
3. S. Satel, J. Robertson, H. Ehrhardt. Effects of deposition temperature on the properties of hydrogenated tetrahedral amorphous carbon // *J. Appl. Phys.* 1997. V. 82. P. 4566.
4. A. Schenk, B. Winter, J. Biener et al. Growth and thermal decomposition of ultrathin ion-beam deposited C:H films // *J. Appl. Phys.* 1995. V. 77. P. 2462.
5. D. Ugolini, J. Eitle, P. Oelhafen. Electron spectroscopy measurements on hydrogen implanted graphite and comparison to amorphous hydrogenated carbon films (a-C:H) // *Appl. Phys. A.* 1992. V. 54. P. 57.
6. L. Begrambekov, O. Buzhinsky, A. Gordeev et al. TDS investigation of hydrogen retention in graphites and carbon based materials // *Physica scripta.* 2004. T. 108. P.72.
7. A. Allouche, Y. Ferro. Dissociative adsorption of small molecules at vacancies on the graphite (0001) surface // *Carbon.* 2006. V. 44. P. 3320.
8. H. Yoshida, M. Taniguchi, K. Yokoyama et al. Hydrogen retention of carbon dust prepared by arc discharge and electron beam irradiation // *Fusion Engineering and Design.* 2004. V. 70, P. 201.
9. J. Roth, B.M.U. Scherzer, R.S. Blewer et al. Trapping, detrapping and replacement of keV hydrogen implanted into graphite // *J. Nucl. Mater.* 1980. V. 93–94. P. 601.
10. A. Airapetov, L. Begrambekov, C. Brosset et al. Deuterium trapping in carbon fiber composites exposed to D plasma // *J. Nucl. Mater.* 2009. V. 390–391. P. 589.
11. Ch. Wild, P. Koidl. Thermal gas effusion from hydrogenated amorphous carbon films // *Appl. Phys. Lett.* 1987. V. 51. P. 1506.
12. H. Atsumi. Hydrogen bulk retention in graphite and kinetics of diffusion. *J. of Nucl. Mater.* 2002. V. 307–311. P. 1466.
13. V.N. Chernikov, W.R. Wampler, A.P. Zakharov, A.E. Gorodetsky. Deuterium trapping in deep traps of differently oriented pyrolytic



- graphite exposed to D<sub>2</sub> gas at 1473 K // J. of Nucl. Mater. 1999. V. 264. P. 180.
14. M. Chatelier on behalf of Equipe Tore Supra. Integration of high power, long pulse operation in Tore Supra in preparation for ITER // Nuclear Fusion. 2007. V. 47. S. 579.
  15. Y. Yamauchi, Y. Hirohata, T. Hino, et al. Hydrogen retention of B<sub>4</sub>C converted graphite // Journal of Nuclear Materials. 1995. V. 220–222. P. 851.

**Основные результаты диссертации изложены в следующих публикациях:**

1. Л.Б. Беграмбеков, П.А. Шигин. Многопозиционный материаловедческий зонд // Приборы и техника эксперимента. 2004. № 2. С.143.
2. L. Begrambekov, O. Buzhinsky, A. Gordeev, E. Miljaeva, P. Leikin, P. Shigin. TDS investigation of hydrogen retention in graphites and carbon based materials // Physica scripta. 2004. T. 108. P. 72.
3. J.P. Gunn, L. Begrambekov, C. Brosset, A. Gordeev, T. Loarer, E. Miljavina, P. Shigin, H. Khodja, P. Oddon, J.-Y. Pascal and S. Vartanian. Controlled irradiation of CFC samples in the scrape-off layer of Tore Supra // Journal of Nuclear Materials. 2005. V. 337-339. P. 644.
4. Беграмбеков, Л.Б., Гордеев, А.А. Миляева, Е.А. Лейкин, П.Л. Шигин, П.А. Бужинский, О.И. Танабе, Т. Сорбция водорода в графитах и углеродных материалах при имплантации низкоэнергетическими ионами // Материаловедение. 2006. № 7. С. 48.
5. L. Begrambekov, C. Brosset, J. Bucalossi, E. Delchambre, J.P. Gunn, C. Grisolia, M. Lipa, T. Loarer, R. Mitteau, P. Moner-Garbet, J.-Y. Pascal, P. Shigin, N. Titov, E. Tsitron, S. Vergazov, A. Zakharov. Surface modification and hydrogen isotope retention in CFC during plasma irradiation in the Tore Supra tokamak // Journal of Nuclear Materials. 2007. V. 363-365 P.1148.
6. L.B. Begrambekov, P.L. Leykin, E.A. Miljaeva, P.A. Shigin. "Hydrogen trapping by deposited carbon films" // Book of Reports of XVIII International Conference on Ion-Surface Interactions ISI-2007, P. 162.
7. D. Douai, D. Garnier, S. Brémond, C. Grisolia, J. Bucalossi, P. Shigin, L. Begrambekov. DC glow discharge conditioning of remote areas in fusion devices // Journal of Physics: Conference Series. 2008. V. 100. S. 062034.
8. А.А. Айрапетов, А.А. Кузьмин, Л.Б. Беграмбеков, П.А. Шигин. Исследование захвата и удержания изотопов водорода в тайлах тока-

мака Tore Supra // Вопросы атомной науки и техники. Серия Термоядерный синтез. 2009. Выпуск 3. С. 30.

9. А.А. Айрапетов, Л.Б. Беграббеков, С.В. Вергазов, А.М. Захаров, А.А. Кузьмин, Я.А. Садовский, П.А. Шигин. Захват и удержание кислорода и дейтерия в углеграфитовом композите при облучении в дейтериевой плазме с примесью кислорода // Вопросы атомной науки и техники. Серия Термоядерный синтез. 2009. Выпуск 3. С. 25.

10. A. Airapetov, L. Begrambekov, C. Brosset, J.P. Gunn, C. Grisolia, A. Kuzmin, T. Loarer, M. Lipa, P. Monier-Garbet, P. Shigin, E. Tsitrone, A. Zakharov. Deuterium trapping in carbon fiber composites exposed to D plasma // Journal of Nuclear Materials. 2009. V. 390-391. P. 589.

11. L.B. Begrambekov, A.S. Kuznetsov, P.A. Shigin. Hydrogen trapping in depositing carbon films // Journal of Nuclear Materials. 2009. V. 390-391. P. 685.

Подписано в печать 07.10.2009. Формат 60x84 1/16  
Печ.л. 1,5. Тираж 100 экз. Заказ №

Типографии НИЯУ МИФИ.  
115409, Москва, Каширское ш., 31