

УДК 533.924,621

ВЗАИМОСВЯЗЬ СПОСОБОВ ПОЛИРОВКИ МОЛИБДЕНОВЫХ ЗЕРКАЛ С ИХ ОПТИЧЕСКОЙ СТАБИЛЬНОСТЬЮ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ЧИСТЯЩЕЙ D_2-N_2 ПЛАЗМЫ

© 2020 г. А. Е. Городецкий^{а, *}, А. В. Маркин^а, В. Л. Буховец^а, В. Л. Войтицкий^а,
Т. В. Рыбкина^а, Р. Х. Залавутдинов^а, В. И. Золотаревский^а, А. П. Захаров^а, И. А. Архипушкин^а,
Л. П. Казанский^а, А. М. Дмитриев^б, А. Г. Раздобарин^б, Д. С. Самсонов^б, Е. Е. Мухин^б

^аИнститут физической химии и электрохимии
им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва, 119071 Россия

^бФизико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, 194021, Россия

*e-mail: aegorodetsky@mail.ru

Поступила в редакцию 19.02.2020 г.

После доработки 22.03.2020 г.

Принята к публикации 25.03.2020 г.

Исследовано влияние чистящей D_2 –(2–4) моль % N_2 плазмы тлеющего разряда на отражательную способность монокристаллических зеркал $Mo(111)$. Поверхность каждого зеркала готовилась механической полировкой алмазными пастами или свободным алмазным порошком. Полировка зеркал сопровождалась формированием слоя материала толщиной до 3 мкм, отличного по структуре от остального объема металла. Особенностью этого слоя являлось постепенное, по мере удаления от поверхности зеркала, совершенствование его структуры и переход от аморфного слоя к слою с нанометровыми размерами кристаллитов и далее к постепенной трансформации в структуру неразрушенного монокристалла. При полировке происходило вдавливание алмазного абразива в поверхностный слой зеркала. В процессе плазменной чистки вдавленные в поверхностный слой зеркала углеродные частицы инициировали развитие отрицательной шероховатости (ямки или углублений). Одновременно формировался слой нитрида молибдена, толщиной 5–10 нм. В разупорядоченных слоях зеркал вероятность процесса зарождения и роста блистеров была понижена. В качестве металла, изменяющего коэффициент полного отражения Mo , был выбран алюминий. Использование смеси D_2-N_2 для повышения скорости распыления Al на последнем этапе чистки заменялось плазменной экспозицией в дейтерии ионами D_3^+ , инициирующими диссоциацию нитрида молибдена и удаление азота из поверхностного слоя зеркала. В результате длительного плазменного воздействия отражательная способность зеркал, полированных алмазной пастой увеличивалась до стационарного значения близкого к отражению от эталонного зеркала.

Ключевые слова: молибденовые зеркала, полировка, отражательная способность, алюминиевые пленки, чистящая плазма, дейтерий, азот.

DOI: 10.31857/S1028096020100088

ВВЕДЕНИЕ

В строящемся токамаке-реакторе ИТЭР большое внимание уделяется методам контроля параметров плазмы. В оптических методах диагностики используют системы зеркал, передающие световой сигнал из плазмы на регистрирующий датчик, расположенный за биозащитой. Несколько десятков первых зеркал планируется установить в специальных диагностических патрубках на расстоянии до 1 м от термоядерной плазмы для наблюдения и контроля за плазменными процессами в основной камере и диверторе. Примером оптической диагностики, использующей зеркальную систему сбора рассеянного в плазме лазерного из-

лучения длиной волны ~ 1 мкм, является диагностика томсоновского рассеяния на свободных электронах, позволяющая определять температуру и концентрацию электронов [1, 2].

В процессе работы реактора в результате поступления частиц распыленных материалов в диагностические патрубки на поверхности зеркал будут формироваться осадки из бериллия и вольфрама. В связи с этим возникает задача плазменной чистки и восстановления зеркал без нарушения вакуумных условий в главной камере [1, 3].

Первое зеркало должно иметь достаточно высокий коэффициент отражения, слабую зависимость от длины волны излучения в рабочей обла-

Таблица 1. Отношение отражательной способности R_i к коэффициенту распыления Y при энергии ионов дейтерия 300 эВ для некоторых металлов [3]

| Металл | Коэффициент распыления, $Y \times 100$ ат./ион | R_i при разных λ , нм | | R_i/Y при разных λ , нм | |
|--------|---|---------------------------------|------|-----------------------------------|------|
| | | 500 | 800 | 500 | 800 |
| Be | 5 | 0.54 | 0.56 | 11 | 11 |
| Al | 4.3 | 0.92 | 0.87 | 21 | 20 |
| Cu | 5.2 | 0.6 | 0.94 | 12 | 18 |
| SS | 2.0 | 0.67 | 0.72 | 34 | 36 |
| Mo | 0.24 | 0.59 | 0.56 | 246 | 233 |
| W | 0.01 | 0.49 | 0.49 | 6125 | 6125 |

сти спектра, низкую чувствительность к различным воздействиям со стороны плазмы.

Целью работы являлось изучение влияния метода полировки зеркал из монокристаллов молибдена на отражательную способность и оптическую стабильность при распылении в плазме разряда постоянного тока в смесях дейтерия и азота. Статья организована следующим образом. В разделе 1 приведен анализ материалов зеркала и плазменных параметров с точки зрения эффективности очистки зеркала от примесей. Методики, использованные в работе, описаны в разделе 2. Результаты измерения скоростей распыления молибдена и алюминия в смесях D_2-N_2 приведены в разделе 3. Структура и состав образцов обсуждается в разделе 4. Очистка от пленок алюминия анализируется в разделе 5 и в разделе 6 обсуждается влияние блистеринга на свойства зеркал из Мо.

1. ВЫБОР МАТЕРИАЛА ПЕРВОГО ЗЕРКАЛА И ПАРАМЕТРОВ ПЛАЗМЫ

В качестве критерия выбора материала зеркала, подверженного длительному воздействию ускоренных частиц, поступающих из плазмы, авторы [3] предложили использовать отношение отражательной способности R_i к величине коэффициента распыления Y ионами дейтерия с энергией 300 эВ, близкой для ожидаемой энергии атомов перезарядки в термоядерном реакторе (табл. 1). Критерий, предложенный в [3], можно использовать и для оценки поведения образцов металлических зеркал во время плазменной чистки.

Согласно табл. 1 наиболее перспективными металлами для изготовления первого зеркала оказывается W. Однако многие исследователи предпочитают использовать молибденовые зеркала из-за большего коэффициента отражения и разработанной технологии получения поли- и монокристаллов Мо большой площади [2, 3].

При использовании графита в токамаках на первое Мо-зеркало часто осаждались углеродсодержащие пленки [2]. В работе [4] было показано,

что осаждение углерода может быть эффективно подавлено при температуре зеркала 120–150°C. Сформированная углеводородная пленка может быть удалена без нарушения зеркальной поверхности при экспозиции в дейтериевой плазме тлеющего разряда постоянного или переменного тока при отрицательных смещениях на зеркале 60–100 В, ионных токах 0.3–1 мА/см² и давлении дейтерия в области зеркала 5–10 Па ($T = 100-150^\circ\text{C}$).

При замене углеродных диверторных мишеней на вольфрамовые и использовании в качестве материала первой стенки бериллия на поверхности первого Мо-зеркала может сформироваться осадок из металлических пленок, состоящих в основном из Be [5]. Зеркало придется очищать от Be. Отражательная способность зеркала не должна деградировать при длительном воздействии на него чистящей плазмы [6, 7].

Важный вопрос, какой газ или смесь газов обеспечивают максимальное отношение коэффициента распыления загрязняющего металла (например, Be) к коэффициенту распыления материала зеркала. Некоторые данные по коэффициентам распыления металлов различными газами приведены в табл. 2.

В процессе плазменного распыления следует минимизировать возможность внесения радиационных дефектов в поверхностный слой зеркала. В табл. 3 приведены пороговые энергии для распыления и введения точечных радиационных дефектов в некоторые металлы.

Согласно табл. 2 и 3 наиболее безопасной с точки зрения возможности внесения дефектов в поверхностный слой молибдена является очистка зеркала с помощью плазмы, содержащей ионы D_2^+ и D_3^+ с максимальными энергиями 200–300 эВ.

Желательно увеличить эффективность очистки, сохранив максимальное отношение коэффициентов распыления Be и Мо. В этой связи важно рассмотреть изменения коэффициентов распыления и радиационной повреждаемости указанных материалов с введением в дейтериевую плаз-

Таблица 2. Коэффициенты распыления $Y(10^{-3}$ ат./ион) различных материалов при энергии бомбардирующих ионов 200 эВ. Коэффициенты распыления ВеD ионами D^+ , D_2^+ , D_3^+ даны для энергии 30 В [8]

| Тип иона | Металл или оксид металла | | | | | | |
|-----------------------------|--------------------------|-----|-----|-----|--------------------------------|------|-----|
| | Ве | ВеО | ВеD | Al | Al ₂ O ₃ | Мо | W |
| H ⁺ | 25 | 12 | — | 14 | 5 | 0.01 | 0 |
| H ₂ ⁺ | 40 | 6 | — | 14 | 1 | 0 | 0 |
| D ⁺ | 50 | 30 | 35 | 40 | 20 | 1 | 0 |
| D ₂ ⁺ | 80 | 26 | 20 | 44 | 1.5 | 0.02 | 0 |
| D ₃ ⁺ | 80 | 18 | 15 | 39 | 0 | 0.4 | 0 |
| He ⁺ | 100 | 40 | — | 100 | 8 | 10 | 1 |
| Ne ⁺ | 400 | — | — | 500 | — | 20 | 80 |
| Ar ⁺ | 200 | — | — | 500 | 40 | 300 | 210 |

Таблица 3. Некоторые характерные энергии, необходимые при анализе процессов распыления металлов ионами дейтерия D⁺, эВ

| Металл | Ве | Al | Мо | W |
|--|-----------|----------|-----------|-----------|
| Энергия смещения атома из узла E_d , эВ [9] | 16 | 16 | 33 | 38 |
| Пороговая энергия образования пары Френкеля, эВ | — | 160 | 417 | 760 |
| Поверхностная энергия связи E_s , эВ/атом [9] | 3.4 | 3.4 | 6.8 | 8.7 |
| Пороговая энергия распыления ионом D ⁺ , $E_{пор}$, эВ [10] | 24 | 34 | 86 | 175 |
| Коэффициент передачи энергии, $4m_1m_2/(m_1 + m_2)^2$ | 0.6 | 0.26 | 0.08 | 0.043 |
| Максимальный коэффициент распыления ионом D ⁺ (при энергии, кэВ) [11] | 0.052 (1) | 0.041(1) | 0.0085(2) | 0.0064(5) |

му небольших количеств химически активных газов, например, кислорода или азота. Однако кислород из соображений безопасности не рекомендуется использовать в крупногабаритных токамаках. В то же время в экспериментах на токамаках впрыскивание азота в дейтериевую плазму используется для эффективного охлаждения диверторной плазмы и защиты диверторных пластин от перегрева [12].

В случае поликристаллических Мо зеркал с произвольной ориентацией зерен при длительном воздействии дейтериевой или гелиевой плазмы шероховатость поверхности может возрасти из-за склонности к процессу блистерообразования. В случае Мо-зеркал с четко выраженной текстурой межкристаллитные границы являются стоком для молекулярного газа, что облегчает зарождение и рост блистеров с резким увеличением шероховатости поверхности. Перспективным материалом для первого зеркала считается монокристаллический молибден.

Наиболее широко используемым методом получения оптических поверхностей является меха-

ническая или механохимическая полировка [13]. Глубина поверхностного деформированного слоя при механическом полировании монокристаллов Мо зависит от кристаллографической ориентации поверхности, размеров и формы абразивных частиц, их твердости, введенных в абразив поверхностно-активных веществ, материала полировальника, режимов полировки [14, 15].

При механической полировке нарушенный слой может составлять десятки мкм и практически определять стойкость зеркальной поверхности по отношению к воздействующей на него плазме.

Полностью устранить дефекты поверхности, формирующиеся при полировании, чрезвычайно сложно. В качестве перспективной техники можно рассматривать методику напыления Мо-покрытий на механически полированный Мо, как на исходное зеркало, так и на частично поврежденное зеркало в результате воздействия плазмы [16–18].

В настоящей работе обсуждается возможность изготовления стойких к плазменному воздей-

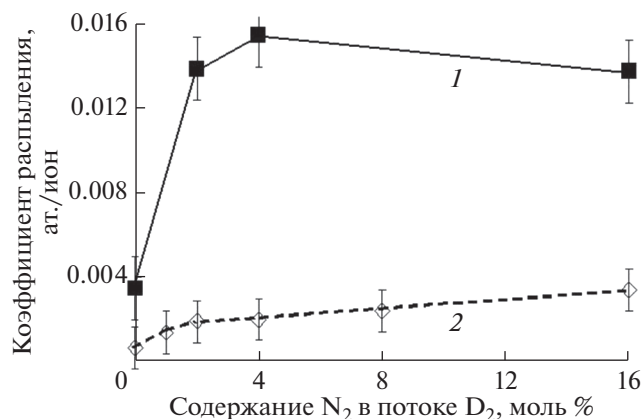


Рис. 1. Коэффициенты распыления Al и Mo в смеси D₂-N₂ в зависимости от содержания азота в смеси с дейтерием: 1 – коэффициент распыления Al фольги; 2 – коэффициент распыления Mo-фольги.

ствию массивных Mo-зеркал с помощью механической полировки.

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Коэффициент полного отражения R_t от полированной поверхности измеряли методом интегрирующей сферы с использованием оптоволоконного комплекса производства Avantes. Морфологию поверхности зеркал контролировали с помощью оптического микроскопа (ОМ) и растрового электронного микроскопа (РЭМ). Элементный состав образцов определяли методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), используя энергодисперсионный твердотельный Si(Li) детектор. Для определения химического состава и природы химической связи в поверхностных слоях металла, содержащих углерод, азот и кислород, использовали метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) (излучение MgK_{α} , $E = 1253.6$ эВ). Фазовый состав и структуру приповерхностных слоев молибденовых макетов изучали методами дифракции электронов с энергией 50 кэВ на отражение и дифракции рентгеновских лучей на отражение (ДРЛО) в медном излучении CuK_{α} . Шероховатость и рельеф поверхности образцов анализировали с помощью АСМ в полуконтактном режиме с кремниевым кантилевером радиусом 10 нм. Эффективность плазменных методов восстановления отражательных свойств зеркал оценивалась путем измерения коэффициента полного отражения R_t . Подробно описание использованных аналитических методик приведено в [19].

По соображениям безопасности загрязнение и чистку поверхности зеркала от бериллия модели-

ровали осаждением и последующим удалением пленок алюминия.

3. РАСПЫЛЕНИЕ Al И Mo В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ СМЕСЕЙ D₂-N₂

В предварительных экспериментах по измерению коэффициентов распыления Al и Mo использовали фольги диаметром 16 мм и толщиной 80 мкм с содержанием примесей меньше 0.2 масс. %. В выбранном авторами для очистки зеркал тлеющем разряде постоянного тока (50 мА) в кварцевой трубе на образец подавали отрицательное смещение (100 В) по отношению к плавающему потенциалу электрода [20], обеспечивающее ионный ток 0.4–0.5 мА/см². В случае использования двух электродов, расположенных на расстоянии около 2 см один напротив другого, плотность тока на образцы Mo, расположенных на электродах, возрастала до 0.8 мА/см².

Указанное смещение минимизировало радиационные разрушения в очищаемом от загрязнений молибденовом зеркале при бомбардировке трехатомными дейтериевыми ионами D₃⁺ [21] (пороговая энергия распыления одноатомными дейтонами D⁺ считается равной $E_{пор} = 86$ эВ). В пересчете на одноатомные ионы в наших экспериментах энергия бомбардирующей мишень дейтонов не превышала 40 эВ. Последняя величина близка к пороговой энергии распыления $E_{пор}$ для Al, равной 34 эВ [10].

Коэффициенты распыления $Y(Al)$ и $Y(Mo)$ с размерностью ат. Me/ион определяли по убыли массы образцов (рис. 1). Для увеличения достоверности и точности взвешивания продолжительность опытов составляла 2–4 часа, а величина дозы ионов достигала значений 5×10^{23} ион/м². Содержание азота в смеси с дейтерием X (моль %) определяли по формуле $X = 100 \times [N_2]/([N_2] + [D_2])$, в которой $[N_2]$ и $[D_2]$ – потоки компонентов на входе в кварцевый реактор.

Из рис. 1 можно сделать вывод, что наиболее удобной смесью в технологии плазменной чистки молибденовых зеркал является смесь дейтерия с 2–4 моль % N₂. В такой смеси коэффициент распыления алюминия имеет наибольшие значения, а коэффициент Y для молибдена еще достаточно низкий.

4. СТРУКТУРА И СОСТАВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ЗЕРКАЛ ИЗ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МОЛИБДЕНА ПОСЛЕ ПОЛИРОВКИ

Образцы зеркал в форме дисков диаметром 15 мм и толщиной 1–1.2 мм были изготовлены из молибденовых монокристаллических прутков с

помощью электроэрозионной резки. Далее заготовки механически шлифовали. Образцы серии *M-I* полировали алмазными пастами АСМ, ОАО “Венфа” зернистостью 7/5, 5/3, 3/2 и 2/1 мкм на вращающемся столе с закрепленным полировальным кругом фирмы Struers instruments (Denmark). Образцы серии *M-II* обрабатывали вручную свободными алмазными порошками зернистостью 5/3, 3/2, 2/1 и 1/0 мкм на стеклянном полировальнике, покрытым двумя листами офисной бумаги плотностью 80 г/м². В результате шлифовки и полировки толщина удаленного слоя, по результатам взвешивания образцов, составляла 0.08–0.11 мм. В наших экспериментах зеркалом сравнения являлось зеркало, обозначенное как *M-III*. Зеркало *M-III* было изготовлено в НПО “Луч”, г. Подольск.

По данным электронографического анализа поверхностный слой полированных зеркал толщиной в сотые доли мкм был аморфным, что можно объяснить происходящими при полировке процессами пластической деформации и фрагментации монокристаллов. Ниже располагался второй мозаичный слой из кристаллитов Мо с различной ориентацией по отношению к поверхности зеркала.

В изготовленных образцах зеркал наибольшую площадь составляли кристаллиты с ориентацией плоскости Мо(111) параллельной внешней поверхности, формирующие рефлекс Мо(222) при угле дифракции $2\theta = 116.2^\circ$ (рис. 2а). В зеркале сравнения *M-III* наибольшую интенсивность в брэгговские отражения давали кристаллиты с ориентацией Мо(110) параллельной поверхности при угле $2\theta = 40.58^\circ$. Межплоскостные расстояния Мо(222) в формирующих рефлекс кристаллитах составили 0.0909 нм (*M-I* и *M-III*), 0.0914 нм (*M-II*). Истинная ориентация неразрушенного полировкой глубинного объема наших зеркал не была определена. Условно мы обозначили изготовленные макеты, как зеркала с поверхностью Мо(111). Согласно линейному коэффициенту поглощения первичного медного излучения в Мо (1810 см⁻¹), глубина зондирования поверхностного слоя Мо при угле $\theta = 58^\circ$ составила около 3 мкм.

В зеркалах *M-I* и *M-II* из-за достаточного сильного расширения линии Мо(222) (ширина на полувысоте $\beta = 0.6^\circ = 0.01$ рад), разделение компонент α -дублета не наблюдалось (рис. 2б) при угловом расстоянии между максимумами α -дублета равным 0.24° (4.2×10^{-3} рад). Если предположить, что основной вклад в уширение линии Мо(222) вносит расширение решетки по нормали к поверхности, то $\beta/\text{tg}\theta = 4\sigma/H$ [22]. В формуле σ – предел прочности на сдвиг, $H = 330$ ГПа – модуль Юнга. Как следует из приведенной формулы, $\sigma = 0.0016 H$. Полученная величина близка к пределу прочности для Мо (515 МПа, [23]). Сдвиг ли-

нии Мо(222) в сторону меньших углов в образце *M-II* по отношению к линии в образце *M-I* свидетельствует о больших деформациях решетки в этих кристаллитах при полировке порошком.

В образцах *M-I* и *M-II* объем зондируемого слоя, занятого кристаллитами с ориентацией плоскости Мо(110) параллельной поверхности (рефлекс Мо(110) при $2\theta = 40.35^\circ$, $\beta = 0.3^\circ = 0.005$ рад, рис. 2в), оказался примерно на порядок меньше объема, занятого описанными кристаллитами с ориентацией Мо(111). Причем кристаллиты Мо(110) были повернуты относительно кристаллитов Мо(111) на углы не менее 35° . Суммарный объем кристаллитов Мо(110) при полировке пастой был меньше, чем при полировке порошком. Брэгговские отражения второго порядка Мо(220) от этих кристаллитов при углах $2\theta = 91^\circ$ (рис. 2г) были размыты ($\beta = 3^\circ = 0.052$ рад) и сдвинуты в сторону больших углов, свидетельствуя о значительном деформационном сжатии решетки кристаллитов Мо(110) в направлении нормали к поверхности. Следует отметить, что в зависимости от режимов механической полировки соотношение между суммарными объемами кристаллитов различных ориентаций изменялось.

Ниже второго слоя, на расстоянии более 3 мкм от поверхности располагались слабо упорядоченного монокристалла. При удалении второго слоя электрополировкой нам не удалось с помощью методики $\theta-2\theta$ зафиксировать рефлексы от неразрушенной решетки монокристаллических молибденовых зеркал из-за углового отклонения основных отражающих плоскостей от полированной поверхности зеркал.

Согласно РСМА спектрам верхний слой толщиной 0.1–0.2 мкм зеркал типа *M-II* с повышенной микротвердостью [9] был обогащен углеродом. Разложение сложного спектра МоMz-СК α (рис. 3а) на два отдельных гауссовых пика и использование углеродного стандарта позволило сделать оценку поверхностной плотности углерода – 3 ± 1 мкг/см². Содержание углерода в зеркалах *M-I* и *M-III* было близко к пределу обнаружения на поверхности Мо (0.5–1.0 мкг/см²). В зеркалах *M-II* содержание кислорода также оказалось выше, чем в образцах *M-I* и *M-III*. Наиболее интенсивная линия молибдена (MoL α = 2290 эВ), была полностью идентичная для всех образцов и на рис. 3 не показана.

По данным РФЭС внедренный в зеркальную поверхность *M-II* углерод находился в различных валентных состояниях и содержал группы sp² (59 ат. %), sp³ (20 ат. %) и C–O–C (21 ат. %) (рис. 3б). В процессе полировки крупинки внедренного алмазного абразива превращались в частички графитированного углерода, выполняющего роль смазки. Коэффициенты полного отражения света (R_p) полированной поверхности в интерва-

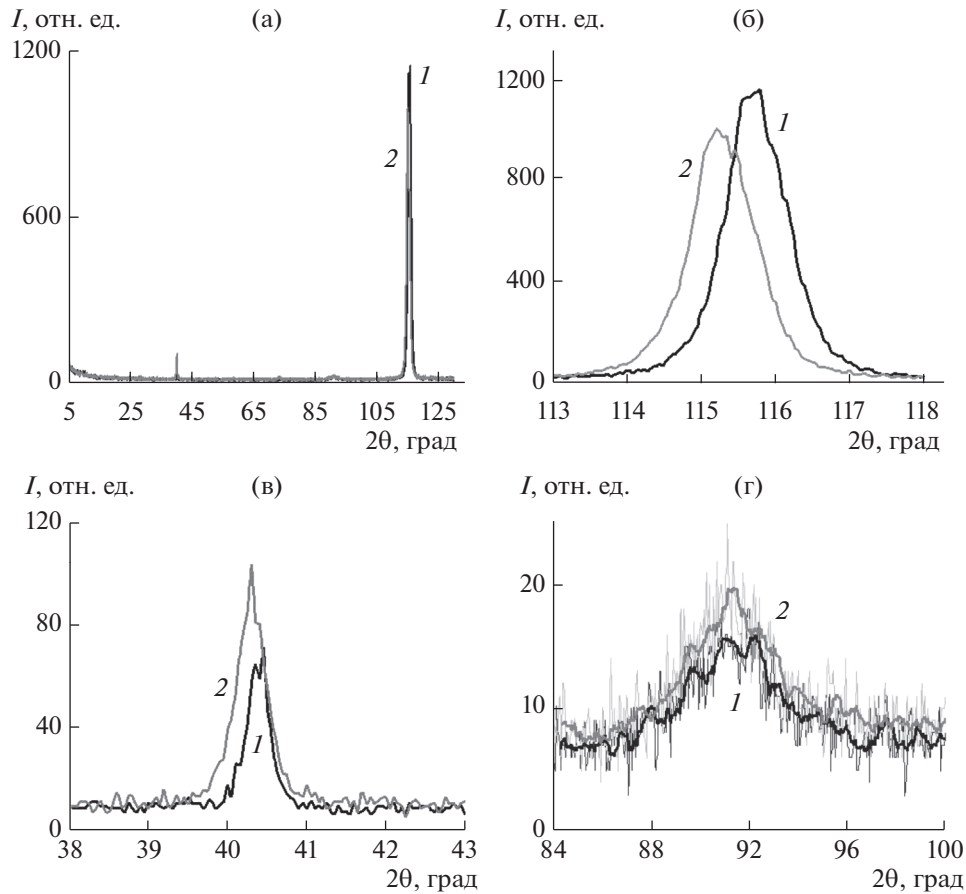


Рис. 2. Дифрактограммы поверхностей от зеркал *M-I* и *M-II* непосредственно после полировки: (а) полная дифрактограмма; части дифрактограммы с выделенными рефлексами: (б) Mo(222); (в) Mo(110); (г) Mo(220), где 1 – образец *M-I*, полировка пастой; 2 – образец *M-II*, полировка порошком.

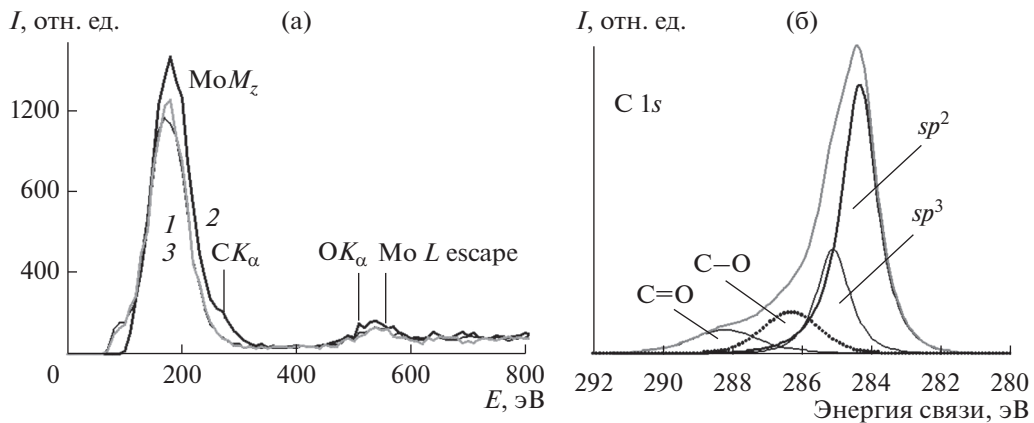


Рис. 3. Спектры РСМА и РФЭС непосредственно после механической полировки: поверхности (энергия первичных электронов 15 кэВ): (а) выделенный участок спектров РСМА: 1 – *M-I*; 2 – *M-II*; 3 – *M-III*; (б) РФЭС-спектр углерода исходной поверхности *M-II* после полировки порошком.

ле длин волн 500–800 нм были 55% (*M-I*) и 40% (*M-II*) (рис. 4).

Таким образом, после механической полировки алмазной пастой коэффициенты отражения зеркал типа *M-I* в интервале длин волн 500–800 нм

были на 18–20% выше, чем при полировке алмазным порошком (рис. 4а, спектры 1 и 2). Спектр отражения образца *M-I* располагался несколько ниже спектра отражения от молибденового зеркала сравнения (*M-III*) (рис. 4а, спектр 3).

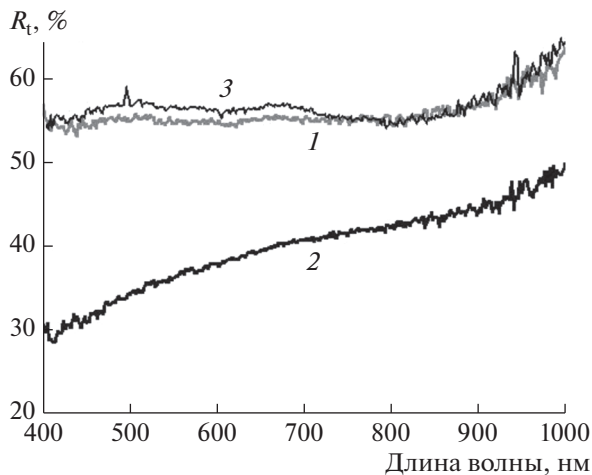


Рис. 4. Коэффициенты полного отражения света полированных молибденовых зеркал: 1 – образец *M-I*, полировка пастой; 2 – образец *M-II* полировка порошком 3 – образец сравнения *M-III*.

Согласно АСМ, топографический анализ указывал на достаточно гладкие поверхности с полировочными канавками по всей поверхности зеркал (рис. 5).

Величины среднеквадратичной шероховатости (h_q) составляли 5.1 нм (*M-I*) и 3.9 нм (*M-II*). Молибденовое зеркало сравнения *M-III* имело шероховатость $h_q = 2.4$ нм. Остаточные полировочные канавки глубиной до 10 нм покрывали всю поверхность зеркал.

При сравнимых начальных шероховатостях основное различие в результатах полировки заключалось, в примерно трехкратном превыше-

нии содержания углерода в поверхностном слое толщиной 0.2 мкм (глубина выхода излучения SK_α с энергией 277 эВ в Мо) образцах *M-II*, обработанных алмазным порошком. В процессе механической полировки микронные и субмикронные алмазные порошокинки внедрялись в тело металла. При полировке алмазной пастой внедрение порошокинки происходило значительно реже. Известно [25], что углеродные включения, пленки углерода, или карбида молибдена понижают отражательную способность молибденового зеркала.

5. ОЧИСТКА МОЛИБДЕНОВЫХ ЗЕРКАЛ ОТ АЛЮМИНИЕВЫХ ОСАДКОВ В ПЛАЗМЕ D_2-N_2

Однородные по площади пленки алюминия наносились методом термического испарения в вакууме при температуре подложки 20°C на поверхность как исходного оптически полированного Мо, так и Мо, экспонированного в плазме.

На исходной поверхности зеркала *M-II* с шероховатостью $h_q = 3.9$ нм пленки Al толщиной 10–40 нм были сплошными (по данным ОМ), а пленки толщиной 2–4 нм – островковыми. Формирование сплошных пленок начиналось с интегральных толщин, равных примерно двум h_q . При интегральной толщине 12 нм, пленки были еще прозрачны для белого света. На рис. 6 показана граница между нанесенной пленкой Al (светлая, нижняя часть снимка) и поверхностью зеркала (темная часть). Сквозь конденсированную пленку такие элементы рельефа как полировочные канавки шириной около 1 мкм и ямки диаметром

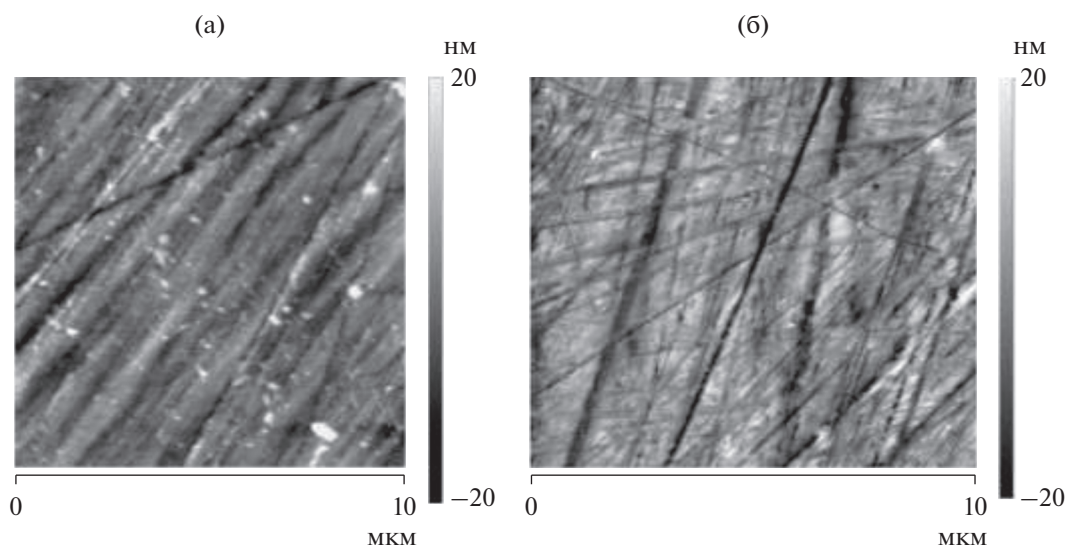


Рис. 5. Полученные в АСМ топографические изображения исходной поверхности площадью 10×10 мкм² (максимальная высота шероховатости меняется от –20 до +20 нм): (а) *M-I* ($h_q = 5.1$ нм); (б) *M-II* ($h_q = 3.9$ нм).

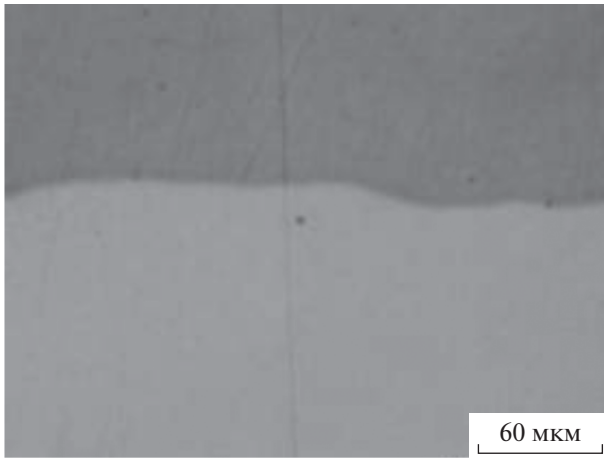


Рис. 6. Граница между исходной поверхностью зеркала *M-II* и конденсированной пленкой алюминия толщиной 12 нм.

3–4 мкм можно было фиксировать в ОМ. Если пленка Al наносилась на поверхность зеркала с увеличенной шероховатостью, которое предварительно экспонировали в плазме, то и формирование сплошного осадка начиналось с больших толщин. В этом случае шероховатость поверхности сплошной кроющей пленки тоже возрастала. В спектре РСМА от осадка добавлялась только линия алюминия (рис. 7).

В процессе ионной очистки сплошные пленки превращались в островковые. Поэтому одновременное распыление кроющей молибден неоднородной по толщине алюминиевой, а в ИТЭР – бериллиевой пленки, и чистых областей полированного зеркала, типичная ситуация в процессе плазменной чистки “первого” зеркала.

Для удаления пленки Al толщиной 30 нм с исходной поверхности зеркало *M-II* экспонировали в плазме разряда при отрицательном смещении на образце 100 ± 5 В. Экспозиции в плазме периодически прерывались для измерения коэффициентов отражения и массы образца. Последовательность экспериментов с этим образцом приведена в табл. 4. После первого этапа распыления (флуенс 1.66×10^{23} ион/м²) алюминий отсутствовал на большей части зеркальной поверхности. Коэффициент распыления $Y(\text{Al}) = 0.02$ оказался примерно в 1.5 раза больше, чем при распылении алюминиевой фольги в тех же условиях. Однако отдельные островки размером 100–300 мкм остались на периферии зеркала.

После осаждения пленки Al коэффициент отражения R_t зеркала *M-II* увеличился до значений 0.7 (рис. 8, кривые 1 и 2), но был меньше расчетных коэффициентов зеркального отражения от пленок Al на молибденовой подложке (рис. 9). По данным РСМА в осажденной алюминиевой

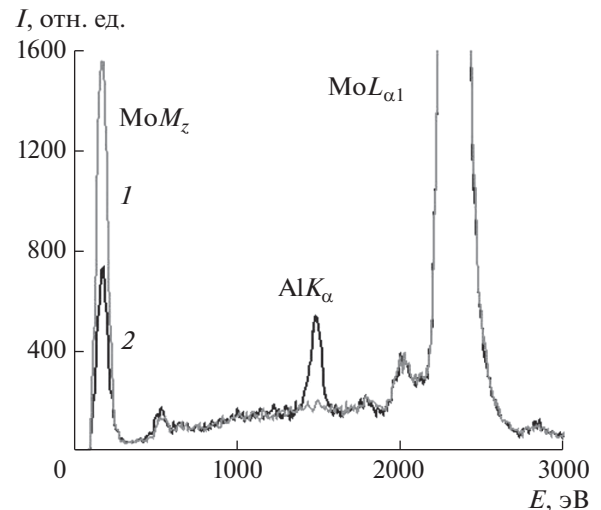


Рис. 7. Спектры РСМА от поверхностных слоев зеркала *M-II* с нанесенной пленкой Al толщиной 40 нм; 1 – участок зеркала, отстоящий на 2 мм от границы области с пленкой Al; 2 – участок зеркала, покрытый пленкой Al. Энергия электронного зонда 15 кэВ.

пленке содержалось около 1 мкг/см² атомов кислорода.

После первого этапа распыления в плазме и удалении алюминиевой пленки коэффициент полного отражения увеличился по сравнению с коэффициентом отражения исходной поверхности.

В результате 2 и 3 этапов распыления и удаления поверхностного 5 нм слоя молибдена на каждом этапе коэффициент отражения R_t (рис. 8, спектры 4 и 5) возрастал до стационарного значения.

Выполненный на заключительном этапе элементный анализ (РСМА) не обнаружил следов Al-пленки.

В опыте с предварительно выдержанным в плазме зеркалом *M-II* (флуенс 8.8×10^{23} ион/м²), удалении 30 нм слоя металла и возросшей шероховатостью поверхности от $h_q = 3.8$ нм до $h_q = 7.5$ нм на зеркало была осаждена пленка Al толщиной 40 нм. Далее зеркало чистили от Al в плазме смеси D₂–2 моль % N₂. Последовательность экспериментов с этим зеркалом приведена в табл. 5.

Как и в предыдущем примере, после первого и второго этапов распыления коэффициент отражения света увеличивался во всем диапазоне длин волн (рис. 10, спектры 1, 2, 3). После осаждения алюминиевой пленки коэффициент отражения скачком возрастал (рис. 10, спектр 4) и далее, при плазменном распылении Al, вновь уменьшался до некоторого стационарного значения (рис. 10, спектр 5).

Таблица 4. Условия экспозиции зеркала *M-II* с нанесенными пленками Al при суммарном давлении газа в разряде 15 Па и смещении на зеркале –100 В

| Эксперимент | Условия экспозиции | | | |
|---|-------------------------------------|--------------------|---|-------------|
| | Плотность тока, мкА/см ² | Время облучения, ч | Флуенс, 10 ²³ ион/м ² | Примечания |
| | Зеркало + 30 нм Al | | | |
| 1 распыление (D ₂ –2 моль % N ₂) | 370 | 2 | 1.66 | Al-островки |
| 2 распыление (D ₂ –4 моль % N ₂) | 760 | 3 | 5.12 | Нет Al |
| 3 распыление (D ₂ –2 моль % N ₂) | 445 | 3 | 3.0 | Нет Al |

Коэффициенты отражения R , зеркал *M-I* и *M-II*, после осаждения и удаления Al и последующей длительной экспозиции в чистящей плазме (флуенс 1.2×10^{24} м⁻²), увеличивались до стационарных значений (рис. 11б, спектр 1) [19]. Вид спектральной кривой стационарного коэффициента отражения (рис. 11б, спектр 1) был близок спектру отражения от зеркала сравнения *M-III* (рис. 11б, спектр 3).

Авторы обращают внимание на три особенности стационарных спектров отражения от зеркал типа *M-I* и *M-II*.

1. Во всех экспериментах отражательная способность зеркал увеличивалась в результате плазменного воздействия до стационарного значения.

2. Несмотря на трехкратное уменьшение содержания углерода в зеркалах типа *M-II*, спектральная кривая отражения расположена ниже кривой отражения от зеркал типа *M-I*.

3. Спектральная кривая от зеркал типа *M-I* лежит несколько ниже кривой отражения от зеркала сравнения *M-III*.

В результате длительной экспозиции в плазме и удалении 30 нм слоя оптически полированного металла, согласно данным РСМА, содержание углерода во вновь сформированной поверхностной области зеркал *M-I* и *M-II* толщиной в 100–200 нм (глубина выхода излучения СК_α в Мо) было понижено до уровня 1 мкг/см² (рис. 12). Однако разли-

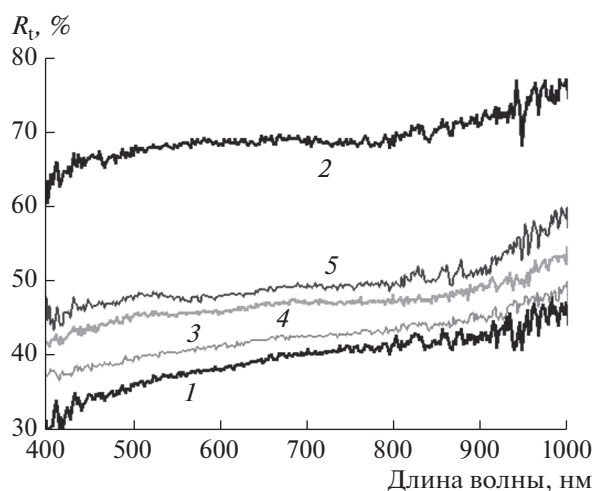


Рис. 8. Изменение спектров коэффициента полного отражения при распылении макета зеркала *M-II* с пленкой Al в D₂ плазме с примесью N₂ (условия плазменной экспозиции приведены в табл. 1): 1 — перед нанесением Al; 2 — после пленки Al толщиной 30 нм; 3 — после 1 этапа распыления; 4 — после 2 этапа распыления; 5 — после 3 этапа распыления.

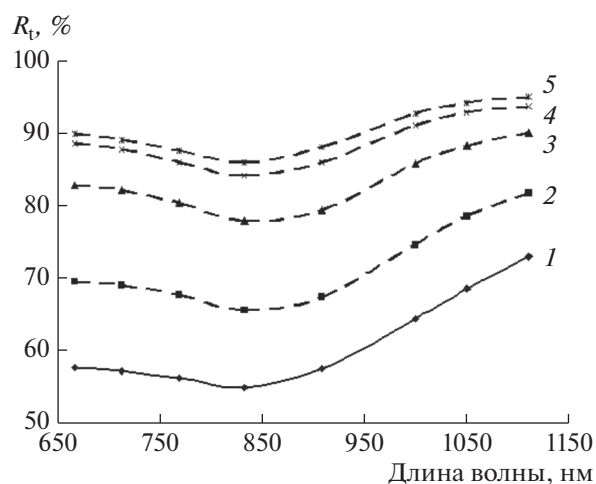


Рис. 9. Расчет зеркального отражения от сплошных пленок Al на Mo, разной толщины: 1 — зеркальная поверхность Mo; 2 — сплошная пленка Al толщиной 3 нм; 3 — 10; 4 — 20; 5 — 30 нм.

Таблица 5. Условия экспозиции зеркала *M-II* при суммарном давлении газа в разряде 15 Па и нанесенной пленкой алюминия после 2 этапа распыления

| Эксперимент | Условия экспозиции | | | |
|---|-------------------------------------|--------------------|--|----------------------------|
| | Плотность тока, мкА/см ² | Время облучения, ч | Флуенс, 10 ¹⁹ ион/см ² | Примечания |
| 1 распыление (D ₂ –4 моль % N ₂) | 581 | 4 | 5.28 | Без Al Смещение –100 В |
| 2 распыление (D ₂ –4 моль % N ₂) | 775 | 2 | 3.52 | Без Al, Смещение –200 В |
| Зеркало + 40 нм Al | | | | |
| 3 распыление (D ₂ –2 моль % N ₂) | 449 | 2 | 2.0 | Смещение –100 В Нет Al |
| 4 распыление (D ₂ –2 моль % N ₂) | 449 | 2 | 2.0 | Смещение –100 В Нет Al |

чие в спектрах отражения *M-I* и *M-II* сохранилось (рис. 11б). Причем в интервале длин волн 400–750 нм спектры *M-I* и *M-II* были подобны один другому. Это позволяет предполагать, что различие в спектрах связано с различием в морфологии и в шероховатости поверхностей.

По данным АСМ (рис. 13) шероховатость зеркала *M-I* увеличилась до $h_q = 7.0$ нм, а зеркала *M-II* – до $h_q = 9.3$ нм. На обеих поверхностях появились ямки-язвочки глубиной до 50–100 нм. Поперечный размер ямок непосредственно на поверхности зеркал варьировался от 50 до 500 нм.

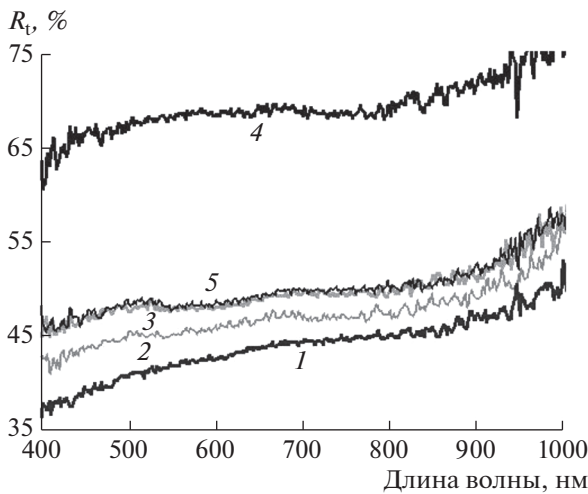


Рис. 10. Изменение спектров коэффициента полного отражения R_t при распылении макета зеркала *M-II* с пленкой Al в D₂ плазме с примесью N₂ (условия плазменной экспозиции приведены в табл. 1: 1 – после механической полировки; 2 – после 1 этапа распыления; 3 – после 2 этапа распыления; 4 – после осаждения пленки Al толщиной 40 нм; 5 – после 3 и 4 этапов распыления).

Число ямок на топограмме *M-I* составило 80 (плотность 8×10^7 см⁻²), а на топограмме *M-II* – 1000 (плотность 10^9 см⁻²).

Появление ямок может быть объяснено внедрением полирующих алмазных частиц в тело металла. Причем, по данным РФЭС, внедренные алмазные частицы в процессе полировки графитизируются. В процессе облучения в плазме D₂–N₂ углеродные частицы газифицируются, оставляя ямки различной формы. Совокупность ямок-язвочек формирует так называемую отрицательную шероховатость. В свою очередь, отрицательная шероховатость после некоторого критического значения приводит к увеличению поглощения света зеркалом. В результате отражательная способность зеркала понижается. По нашим данным критическое число ямок на площади 100 мкм², после которого полное отражение падает, составляет 100 штук.

Ямки-язвочки, формирующие отрицательную шероховатость и понижающие отражательную способность зеркал, оказались основными радиационно стимулированными дефектами при плазменной чистке в смеси D₂–N₂. Число ямок зависит от состава поверхностно активных добавок в полирующей алмазной пасте.

После длительной экспозиции в плазме и достижения стационарного состояния по отражательной способности в области длин волн 500–1000 нм коэффициент полного отражения от зеркала типа *M-I* (полировка пастой) был на 1–2% ниже коэффициента отражения от зеркала *M-III* “Луч” (рис. 11б). Возможно, коэффициент R_t был понижен из-за формирования тонкого 5–10 нм слоя нитрида молибдена, четко регистрируемого в спектрах РФЭС (рис. 14).

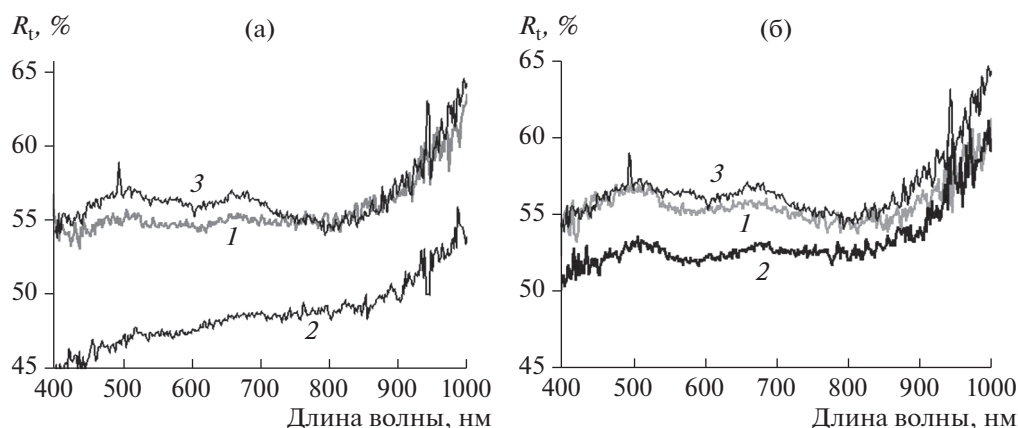


Рис. 11. Коэффициенты отражения света R_t зеркал *M-I* (спектр 1), *M-II* (спектр 2) и *M-III* (спектр 3): (а) непосредственно после полировки; (б) при достижении стационарного состояния в результате длительной экспозиции *M-I* и *M-II* в чистящей плазме в смеси D_2 —4 моль % N_2 (флуенс $1.2 \times 10^{24} \text{ м}^{-2}$).

На рис. 14а представлено разложение РФЭ-спектра $Mo3p$ на три дублета ($Mo 3p_{3/2}$; $Mo 3p_{1/2}$): основной дублет при 394.0 и 411.6 эВ (как мы предполагаем, относящийся к выходу электронов из чистого металла и молибдена в соединении с азотом) [26, 27] и два дублета, соответствующих оксидам MoO_2 (395.3 и 413.1 эВ) и MoO_3 (398.6 и 415.8 эВ). Выделенный пунктиром пик при 397.0 эВ ($N 1s$) относится к азоту в соединении с молибденом [26, 27]. Нитрид и оксиды молибдена были полностью удалены после снятия 15 нм слоя металла распылением 2 кэВ ионами аргона. Спектр чистой поверхности металла с максимумами 394.0 и 411.6 эВ представлен на рис. 14б. Однако в этом чистом слое металла толщиной в 5 нм присутствовали кислород (около 11 ат. % или 3.5×10^{15} ат. $O/\text{см}^2$) и углерод (3.5 ат. % или 1.1×10^{15} ат. $C/\text{см}^2$).

Согласно [28] коэффициент поглощения видимого света в пленках нитрида молибдена имеет величину масштаба 0.1 нм^{-1} . Пленка нитрида Мо толщиной 4–6 нм на поверхности молибдена может понижать коэффициент отражения R_t (рис. 11б).

6. ПОДАВЛЕНИЕ ПРОЦЕССА БЛИСТЕРООБРАЗОВАНИЯ В ЗЕРКАЛАХ Мо ПРИ ПОЛИРОВКЕ АЛМАЗНЫМИ СОСТАВАМИ

В работе [29] молибденовые фольги с текстурой $\{100\}\langle 110 \rangle$ выдерживали в плазме газового разряда смеси D_2 —(0–4 моль %) N_2 и было показано, что добавление азота к дейтерию интенсифицирует процессы накопления дейтерия и блистерообразования при энергии внедряемых ионов ни-

же 100 эВ. При этом в тонком (5–10 нм) поверхностном слое формировался нитрид молибдена. Зарождение блистеров происходило на глубине 1–3 мкм от поверхности (на три порядка больше, чем длина пробега внедряемых ионов). Экспонированные в плазме образцы фольги были отполированы свободным алмазным абразивом. После такой обработки и экспозиции в плазме процесс блистерообразования в фольге не наблюдался. Аналогичное поведение ранее было отмечено в работе [30] при экспозиции в плазме массивного поликристаллического Мо зеркала, а именно — блистеринг при выдержке исходного зеркала и

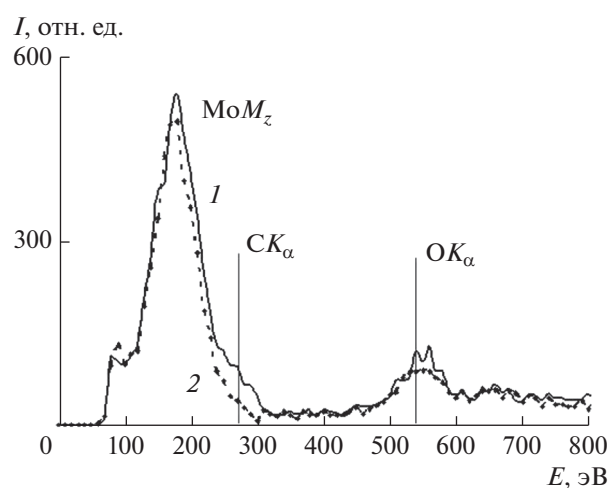


Рис. 12. Выделенный участок спектров РСМА поверхности *M-II*: 1 — непосредственно после полировки; 2 — после длительной экспозиции в плазме (флуенс $1.2 \times 10^{24} \text{ м}^{-2}$). Энергия электронного зонда 25 кэВ.

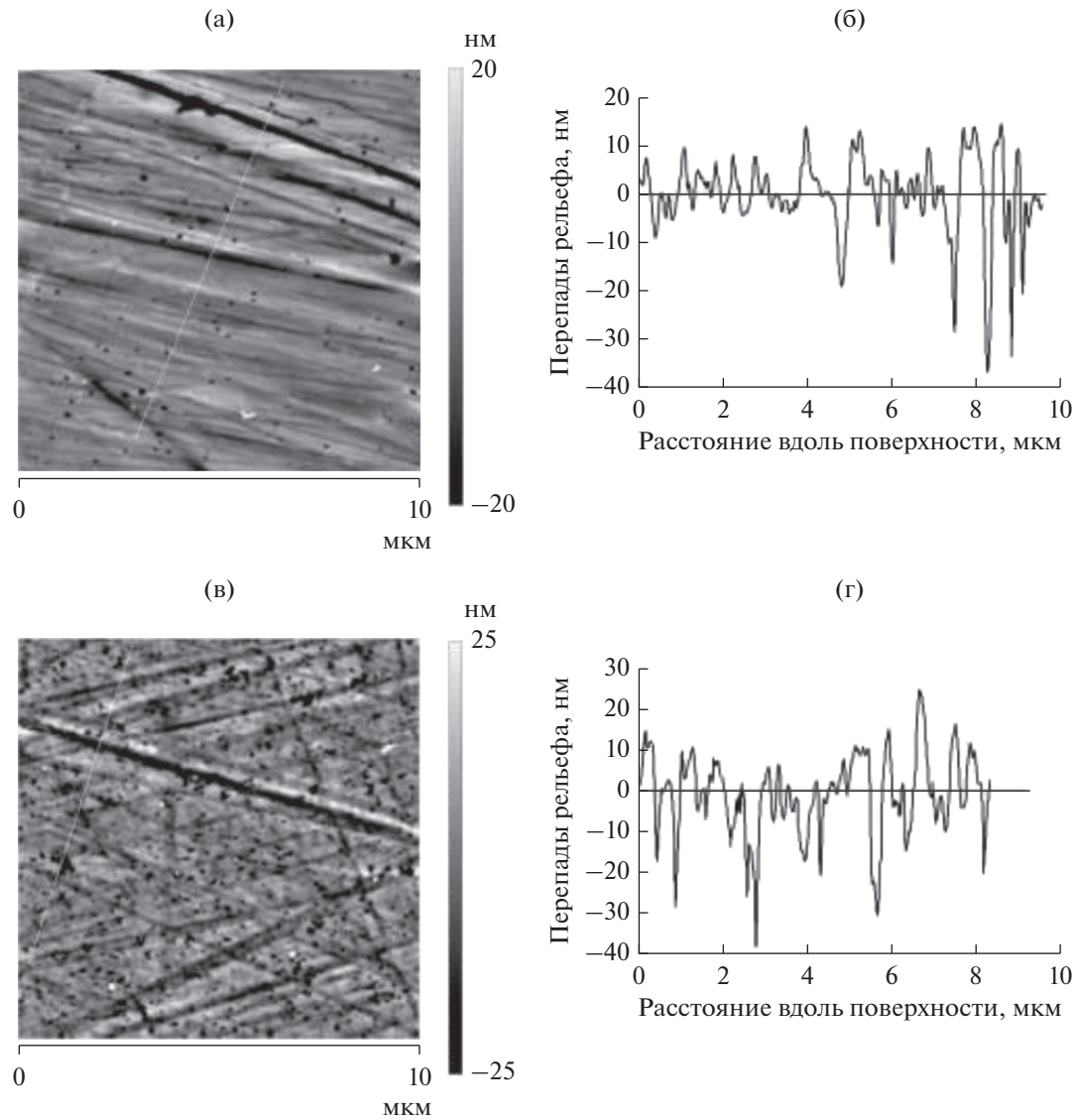


Рис. 13. Топографические изображения поверхности и перепады рельефа зеркал: (а, б) *M-I*, (в, г) *M-II* после длительной экспозиции в плазме смеси D_2 –4 моль % N_2 (флуенс $1.4 \times 10^{24} \text{ м}^{-2}$).

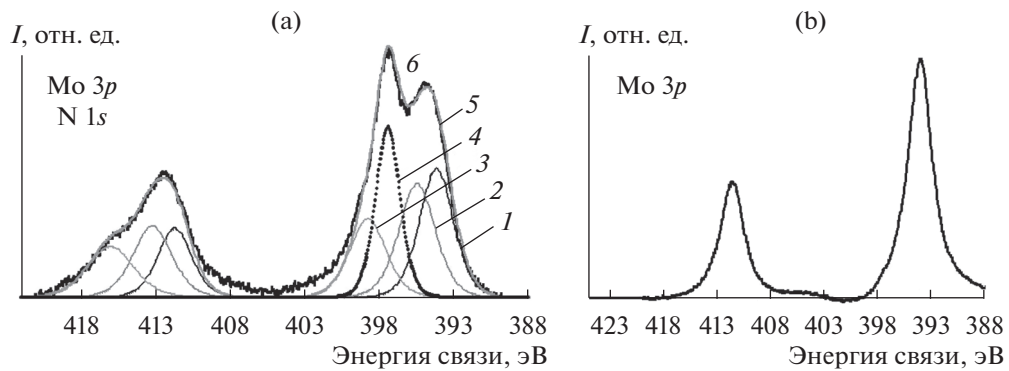


Рис. 14. РФЭ-спектры $Mo3p_{3/2}$ и $Mo3p_{1/2}$: а – после облучения *M-II* в плазме смесью D_2 –0.02 N_2 ($F = 12.8 \times 10^{19} \text{ см}^{-2}$); б – после удаления верхнего слоя толщиной около 15 нм в разряде аргона. Разложение на остовные пики от следующих валентных состояний: 1 – Mo^0 ; 2 – Mo^{4+} ; 3 – Mo^{6+} ; 4 – N в соединении с молибденом; 5 – сумма спектров 1–4; 6 – экспериментальный РФЭ-спектр.

его отсутствие после переполитровки алмазным порошком. Следует отметить, что технология изготовления исследованного зеркала авторам [30] не была известна.

В данной работе процесс блистерообразования был подавлен как при полировке монокристаллов свободным абразивом, так и при полировке пастой “Вемфа” (см. раздел 4). В представленных экспериментах после плазменной чистки в поверхностном слое толщиной 3–8 нм методом РФЭС также был зафиксирован нитрид молибдена.

Таким образом, в зависимости от структуры поверхностного слоя металла добавляемый в плазму азот может способствовать либо появлению блистеров, либо замедлять процесс блистерообразования. Можно предположить, что при образовании нитрида молибдена в предварительно разрушенном механической полировкой слое толщиной 10–20 нм, нитрид не образует барьерного слоя для выхода дейтерия и не способствует появлению блистеров.

Механическая полировка зеркал сопровождается формированием слоя материала толщиной до 3–5 мкм, отличного по структуре от остального объема металла. Этот слой можно модифицировать либо высокотемпературным отжигом, либо удалить электрополировкой.

Возникает вопрос – необходимо его либо рекристаллизовать, либо удалять для повышения отражательной способности зеркала на 1–3%? Отличительной особенностью этого слоя, созданного полировкой, является постепенное, по мере удаления от поверхности зеркала, совершенствование его структуры и переход от аморфного слоя Билби к слою с нанометровыми размерами кристаллитов Мо и далее к постепенной трансформации в структуру объемного металла. Возможно, разупорядоченные слои молибденового зеркала, понижающие отраженный световой поток на 1–3%, облегчают радиационно-индуцированные процессы рекомбинации внедренного атомарного дейтерия и транспорт молекулярного дейтерия в направлении к поверхности, подавляя процесс зарождения и роста наиболее опасных радиационных дефектов – блистеров. Уменьшение вероятности блистерообразования после механической полировки вольфрама было отмечено в [31].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние чистящей D_2-N_2 плазмы тлеющего разряда на отражательную способность монокристаллических зеркал из молибдена (111). Поверхность исследуемых зеркал готовилась ме-

ханической полировкой алмазными пастами или свободным алмазным порошком. Полировка зеркал приводила к формированию слоя материала толщиной до 3–5 мкм, отличного по структуре от остального объема металла. По мере удаления от поверхности зеркала происходил переход от аморфного слоя Билби к фрагментированному слою с нанометровыми размерами кристаллитов и далее к постепенной трансформации в структуру неразрушенного монокристалла.

В процессе полировки микронный и субмикронный алмазный абразив внедрялся в тело металла. При полировке алмазной пастой АСМ внедрение порошинок происходило значительно реже. Эффективность отражения в интервале длин волн 400–1000 нм в образцах, полированных пастой (М-1), была выше, чем в образцах, полированных свободным абразивом.

При нанесении на поверхность зеркала пленок алюминия толщиной 10–40 нм отражательная способность Мо-зеркал увеличивалась. При добавлении азота в дейтериевую плазму скорость распыления алюминия возрастала в 3–4 раза. Для полного удаления пленки Al толщиной 40 нм при отрицательном смещении на образце 100 В был необходим флуенс ионов 10^{23} м^{-2} . Во время экспозиции в D_2-N_2 плазме вдавленные в поверхностный слой зеркала углеродные частицы газифицировались и инициировали развитие отрицательной шероховатости (появление ямок, глубиной до 40 нм).

Использование смеси D_2-N_2 для повышения скорости распыления Al на последнем этапе сменялось очисткой в дейтерии ионами D_3^+ , способствующих диссоциации нитрида молибдена и удалению азота из поверхностного слоя зеркала.

После удаления алюминия и завершения процесса чистки (флуенс ионов 10^{24} м^{-2}) отражательная способность молибденовых зеркал увеличивалась до значения, близкого к стандартному отражению для Мо.

Как следует из выше приведенных экспериментов, отсутствие блистеринга и стабильность отражательной способности молибденового зеркала при длительном взаимодействии с чистящей дейтериевой низкоэнергетической плазмой определяется структурой сильно деформированного и фрагментированного слоя толщиной до 3–5 мкм, сформированного при полировке алмазными пастами.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при частичной поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН (№ 34П).

На оборудовании Центра коллективного пользования физических методов исследования (ЦУП ФМИ) Института физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН выполнены измерения методами РСМА, РФЭС и АСМ.

Авторы выражают благодарность А.В. Рогову (НИЦ “Курчатовский институт”) за предоставление для исследований молибденового зеркала сравнения производства НПО “Луч”, г. Подольск.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mukhin E.E., Kurskiev G.S., Gorbunov A.V., Samsonov D.S., Tolstyakov S.Yu., Razdobarin A.G. et al. // Nucl. Fusion. 2019. V. 59. № 1. P. 59086052 (12 p).
2. Litnovsky A., Peng J., Kreter A., Krasikov Yu., Rasinski M., Nordlund K., Granberg F., Jussila J., Breuer U., Linsmeier Ch. // Fusion Engineering and Design 2019. V. 146. P. 1450.
3. Орлинский Д.В., Вуколов Л.Ю., Войцены В.С. // Вопросы атомной науки и техники (ВАНТ). Термоядерный синтез. 2005. Вып. 3. С. 50.
4. Городецкий А.Е., Буховец В.Л., Залавутдинов Р.Х., Захаров А.П., Мухин Е.Е., Раздобарин А.Г., Семенов В.В., Толстяков С.Ю. // Физикохимия поверхности и защита материалов. 2011. Т. 47. № 4. С. 434.
5. Ben Yaala M., Moser L., Steiner R. et al. // Nucl. Fusion 2019. V. 59. № 1 P. 096027 (10 p).
6. Mukhin E.E. et al. // Nucl. Fusion. 2012. V. 52. № 1. P. 013017.
7. Rubel M., Temmerman G.D., Sundelin P., Coad J.P., Widowson A., Hole D., Guern F.L., Stamp M., Vince J. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 390–391. № 1. P. 1066.
8. Moser L. // Plasma Cleaning of Diagnostic First Mirror for the Nuclear Fusion Mashine // PhD Thesis. University of Basel. 2017. P. 28.
9. Экштайн В. // Компьютерное моделирование взаимодействия частиц с поверхностью твердого тела. М.: Мир, 1995. 320 с. (с. 101).
10. Roth J., Bohdansky J., Ottenberger W. Data on Low Energy Light Ion Sputtering // IPP 9/26 Garching, May. 1979. 92 p.
11. Пleshивцев Н.В., Бажин А.И. // Физика воздействия ионных пучков на материалы. М.: Вузовская книга, 1998. 392 с. (с. 287).
12. Takamura S., Aota T., Uesugi Y., Kikuchi Y., Maenaka S., Fujita K. // Nucl. Fusion. 2019. V. 59. 046015 (12 p).
13. Bennett J.M., Wong S.M., Krauss G. // Applied Optics. 1980. V. 19. № 20. P. 3562.
14. Лихтман Б.И., Щукин Е.Д. // УФН. 1956. Т. 66. Вып. 2. С. 213.
15. Королёва А.Ф. // Diagnostic, Resource and Mechanics of Material and Structures. 2016. Вып. 2. С. 48.
16. Рогов А.В., Вуколов К.Ю., Горшков А.В., Гуреев В.М. // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. 2005. Вып. 2. С. 39.
17. Рогов А.В., Капустин Ю.В., Мартыненко Ю.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2017. № 8. С. 87.
18. Рогов А.В., Мартыненко Ю.В., Капустин Ю.В., Фанченко С.С., Белова Н.Е. // ЖТФ. 2018. Т. 88. Вып. 5. С. 722.
19. Городецкий А.Е., Буховец В.Л., Маркин А.В., Войтицкий В.Л., Рыбкина Т.В., Залавутдинов Р.Х., Захаров А.П., Золотаревский В.И., Архипушкин И.А., Казанский Л.П. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 11. С. 33. <https://doi.org/10.1134/S1028096019110074>
20. Bukhovets V.L., Gorodetsky A.E., Zalavutdinov R.Kh., Markin A.V., Kazansky L.P., Arkhipushkin I.A., Zakharov A.P., Dmitriev A.M., Razdobarin A.G., Mukhin E.E. // Nuclear Materials and Energy. 2017. V. 12. P. 458.
21. Carrasco E., Tanarro I., Herrero V.J., Cernicharo J. // Phys. Chem. Chem. Phys. 2013. V. 15. P. 1699.
22. Тейлор А. // Рентгеновская металлография. М.: Металлургия, 1965. 664 с.
23. www.glemco.com
24. Позняк И.М., Климов Н.С., Подковыров В.Л., Сафронов В.М., Житлухин А.М., Коваленко Д.В. // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. 2012. Вып. 4. С. 23.
25. Matveeva M. // Influence of the Surface Composition and Morphology on the Reflectivity of Diagnostic Mirrors in a Fusion Reactor // PhD Thesis. Düsseldorf. 2014. 158 p.
26. Trava-Airoldi V.J., J. Corat E., Santos L.V., Moro J.R., Leite N.F. // Material Research. 2003. V. 6. № 2. P. 305.
27. Huang Q., Chen S., Ma T., Zou H., Yang W. // Int. J. Electrochem. Sci. 2017. V. 12. P. 6340.
28. Senchenko E.S., Atuchin V.V., Khasanov T., Kochubey V.A., Pokrovsky L.D. // MEASUREMENT 2011, Proceedings of the 8th International Conference, Smolenice, Slovakia. Technological Design Institute of Scientific Instrument Engineering SB RAS, 2011. P. 257.
29. Городецкий А.Е., Буховец В.Л., Залавутдинов Р.Х., Маркин и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2018. № 11. С. 9.
30. Городецкий А.Е., Залавутдинов Р.Х., Буховец В.Л., Маркин А.В., Захаров А.П., Рыбкина Т.В., Золотаревский В.И., Мухин Е.Е., Раздобарин А.Г., Дмитриев А.М. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2016. № 12. С. 28.
31. Zayachuk Y., Tanyeli I., Van Boxel S. et al. // Nucl. Fusion 2016. V. 56. P. 086007.

Effect of Polishing Techniques of Molybdenum Mirrors on Their Optical Stability under Cleaning D_2-N_2 Plasma

A. E. Gorodetsky^{1,*}, A. V. Markin¹, V. L. Bukhovets¹, V. L. Voytitsky¹, T. V. Rybkina¹, R. Kh. Zalavutdinov¹, V. I. Zolotarevsky¹, A. P. Zakharov¹, I. A. Arkhipushkin¹, L. P. Kazansky¹, A. M. Dmitriev², A. G. Razdobarin², D. S. Samsonov², E. E. Mukhin²

¹*Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry Russian Academy of Sciences (IPCE RAS), Moscow, 119071 Russia*

²*Ioffe Institute of Physics and Technology of the Russian Academy of Sciences, Saint Petersburg, 194021 Russia*
**e-mail: aegorodetsky@mail.ru*

The effect of cleaning with D_2 –(2–4) mol % N_2 glow discharge plasma on the reflectivity of Mo(111) single-crystal mirrors was studied. The surface of each mirror was prepared by mechanical polishing with diamond pastes or diamond powder. Polishing mirrors was accompanied by the formation of a layer of material up to 3 microns thick, different in structure from the bulk metal. The peculiarity of this layer was the gradual improvement of its structure as it moved away from the surface of the mirror and the transition from the amorphous layer to the layer with nanometer-sized crystallites and then to the gradual transformation into the structure of an unbroken single crystal. When polishing, the diamond abrasive was pressed into the surface layer of the mirror. During the plasma cleaning process, carbon particles pressed into the surface layer of the mirror initiated the development of negative roughness (pits or depressions). At the same time, a 5–10 nm layer of molybdenum nitride is formed. In disordered layers of mirrors, a probability of a process of origin and growth of blisters were reduced. Aluminum was chosen as the metal that changes the total reflection coefficient of Mo. The use of D_2 – N_2 mixture to increase the rate of Al sputtering at the last stage of cleaning was replaced by plasma exposure in deuterium with D_3^+ ions, which initiated the dissociation of molybdenum nitride and the removal of nitrogen from the surface layer of the mirror. As a result of prolonged plasma exposure, the reflectivity of mirrors polished with diamond paste increased to a stationary value close to the reflection of the reference mirror.

Keywords: molybdenum mirrors, polishing, reflectivity, aluminum films, cleaning plasma, deuterium, nitrogen.