

## Влияние экспозиции в высокочастотном разряде в смеси $H_2-Ne$ на топографию поверхности и светопропускание сапфира

© А.Е. Городецкий,<sup>1</sup> В.Л. Буховец,<sup>1</sup> А.В. Маркин,<sup>1</sup> Р.Х. Залавутдинов,<sup>1</sup> А.П. Захаров,<sup>1</sup> Т.В. Рыбкина,<sup>1</sup> С.И. Позин,<sup>1</sup> В.А. Кабанова,<sup>1</sup> О.Ю. Графов,<sup>1</sup> Е.Е. Мухин,<sup>2</sup> А.Г. Раздобарин<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,  
119071 Москва, Россия

<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail:valentin\_b53@mail.ru

Поступило в Редакцию 20 февраля 2025 г.

В окончательной редакции 22 апреля 2025 г.

Принято к публикации 24 апреля 2025 г.

Исследованы три варианта воздействия разряда на топографию поверхности и стабильность светопропускания сапфирового окна. Рассмотрено влияние длительного воздействия чистящего разряда в смеси 77 %  $H_2$ –23 %  $Ne$  на поверхность. Проанализированы изменения в структуре поверхностных слоев сапфира, сформированных при длительной экспозиции в высокочастотном (ВЧ) разряде, после удаления в плазме ВЧ разряда тонких пленок. Исследованы изменения в структуре поверхностных слоев сапфира после трехкратного осаждения и последующего удаления плазмой ВЧ разряда пленок  $Al$ .

**Ключевые слова:** R-сапфир, защитное окно, АСМ изображения поверхности, пленки  $Al$ , очистка, термоядерный экспериментальный реактор.

DOI: 10.61011/JTF.2025.11.61594.24-25

### Введение и постановка задачи

Для анализа параметров плазмы в международном термоядерном экспериментальном реакторе (ИТЭР) планируется использовать несколько оптических диагностик, в частности, диагностику томсоновского рассеяния (ДТР) на свободных электронах [1,2].

В методике ДТР рассеянное лазерное излучение собирается оптической системой, расположенной внутри вакуумного объема ИТЭР. Наиболее сложным компонентом внутривакуумной оптической системы сбора света является так называемое „первое“ зеркало, обращенное к плазме, которое предполагается изготавливать из молибдена [3]. Далее рассеянный свет с помощью зеркально-линзовой системы будет передаваться на полихроматоры для анализа интенсивности (концентрации электронов в плазме,  $n_e$ ) и ширины спектра рассеяния (температуры электронов,  $T_e$ ) [4]. В целом в ИТЭР для диагностики плазмы различными оптическими методами предполагается установить более 30 „первых“ металлических зеркал [5].

„Первые“ зеркала будут подвергаться значительным тепловым нагрузкам и воздействию потоков нейтральных атомов из плазмы, содержащих элементы материалов внутренней облицовки камеры токамака. Типичными осаждаемыми примесями на „первых“ зеркалах считались углерод, кислород, бериллий и вольфрам [3,5]. На основе экспериментов на действующих токамаках (например, [6,7]) в 2024 г. было решено отказаться от бериллия на внутренней стенке главной камеры ИТЭР и заменить его вольфрамовой облицовкой, покрытой

слоем бора. В этой связи на первых зеркалах вполне возможно появление соединений на основе бора.

Для сохранения оптических свойств первых зеркал необходимо проработать систему защиты от неблагоприятных воздействий плазмы и радиации, а также от загрязнений продуктами эрозии первой стенки. Конденсируемые на зеркале пленочные осадки, содержащие бор, приведут к уменьшению его отражательной способности. В работах [8–10] предложено использовать для очистки первых зеркал плазму высокочастотного (ВЧ) разряда. В работах [1,2] рассматривалась возможность защиты „первого“ зеркала ДТР окном из пластины сапфира (монокристалла  $Al_2O_3$ ) толщиной 1–2 mm. В настоящее время решено изготавливать из сапфира защитную шторку „первого“ зеркала ДТР. В этом случае предполагается оснащать системой плазменной очистки как первое зеркало, так и его сапфировую шторку/окно, конструкция которой находится в состоянии разработки. Очистку шторки предполагается проводить в открытом состоянии, в котором она располагается напротив специального ВЧ электрода. При размещении ВЧ ячеек в главной камере следует учесть направление сильного магнитного поля с тем, чтобы минимизировать его влияние на параметры чистящего ВЧ разряда.

Сапфир ( $\alpha-Al_2O_3$ ) — прозрачный в области длин волн 300–1100 nm для большинства оптических диагностик, химически инертный, прочный и термостойкий диэлектрик с высокой теплопроводностью и высокой диэлектрической проницаемостью [11,12]. В зависимости от методики оптической полировки толщина первичного нарушенного слоя может изменяться от 0.1 до 2  $\mu m$  [13].

Если кристаллическая плоскость решетки сапфира с миллеровскими индексами (0001) параллельна поверхности, то такие пластины ниже в тексте обозначаются как *c*-С. В случае плоскости (1 $\bar{1}$ 02), параллельной поверхности пластины, обозначаются как *r*-С. Угол между плоскостями (1 $\bar{1}$ 02) и (0001) в решетке сапфира равен 57.6°.

С учетом опытов на токамаках [14,15] в качестве рабочего газа для чистящего ВЧ разряда была выбрана смесь неона с водородом. В качестве осаждаемого металла был выбран алюминий, используемый как модельный, загрязняющий материал в экспериментах с „первыми“ зеркалами [16] вместо предполагаемого в ИТЭР бора. В [16] утверждается, что при осаждении на поверхности металлов алюминия и бора образуются алюминиды и бориды, удерживающие водород, причем закономерности захвата и удержания водорода в этих соединениях похожи.

Бор, как и алюминий, образует твердый оксид В<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В отличие от Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> оксид бора имеет низкую температуру плавления, но оба оксида, покрывая поверхности твердого Al и В, замедляют окисление. Алюминий, как и бор, не восстанавливает сапфир при невысоких температурах. Возможные реакции бора с сапфиром при плазменной чистке от борных загрязнений требуют отдельного анализа.

Как и в работе [17], авторы полагают, что во время очистки из-за неравномерного удаления загрязнений с поверхности *r*-С придется некоторое время воздействовать плазмой непосредственно на поверхностный слой сапфирового окна. Поэтому для эффективного и надежного использования ВЧ разряда необходимо исследовать изменение структуры и топографии поверхности сапфира, очищенной в результате длительного плазменного воздействия и связанным с таким воздействием изменением пропускания света *r*-С.

Цель настоящей работы — проанализировать три варианта воздействия разряда на сапфировое окно. Во-первых, рассмотреть влияние длительного воздействия чистящего разряда 77% H<sub>2</sub>–23% Ne на структуру, состав поверхностного слоя *r*-С и на оптическую стабильность сапфира в отношении его светопропускания. Во-вторых, исследовать изменения в поверхностных слоях сапфира, сформированных длительной экспозицией в ВЧ разряде, после нанесения и очистки от пленки Al. В-третьих, рассмотреть изменения в поверхностных слоях сапфира после трехкратного осаждения Al и его последующего удаления плазмой ВЧ разряда.

Постановка такой задачи вызвана предполагаемым использованием сапфира в качестве защитных и вакуумных окон в ИТЭР, а также широким применением сапфира (*r*-С) в микроэлектронике в качестве подложек в структурах кремний на сапфире [18].

Как и в [17], в качестве критерия оптической стойкости материала окна был выбран коэффициент пропускания (КП) света в диапазоне длин волн ДТР (400–1100 nm).

## 1. Методика эксперимента

Пять квадратных пластин сапфира 10 × 10 × 1 mm, оптически полированных с двух сторон, были предоставлены ООО „Флюорит“, Санкт-Петербург. Перед опытами пластины очищались в гексане.

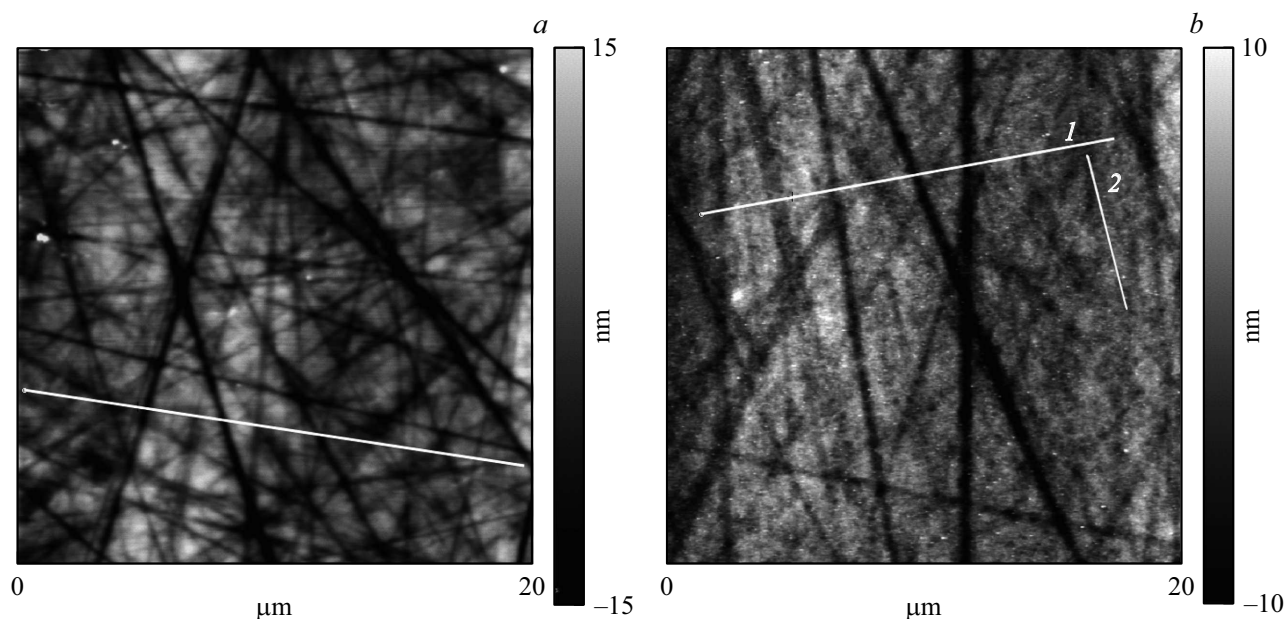
В предложенной схеме плазменного воздействия на сапфир применялся разряд постоянного тока в кварцевой трубке с внутренним диаметром 19 mm между полым катодом и заземленным анодом. ВЧ емкостной разряд формировался между высоковольтным электродом площадью 2.27 cm<sup>2</sup>, соединенным с ВЧ генератором 13.56 MHz и заземленным электродом площадью 10 cm<sup>2</sup>. Электроды ВЧ разряда располагались один напротив другого в центре положительного столба. ВЧ генератор (мощностью 50 W) создавал смещение –300 V на поверхности пластины из *r*-С. Во время опытов температура образца не превышала 100 °C [8,10,17]. Давление в ВЧ разряде поддерживалось равным 15 Pa при скорости потока смеси водорода с неонам 13 sccm. Поток Ne (3 sccm) составлял 23 % от суммарного потока смеси H<sub>2</sub> и Ne (далее H<sub>2</sub>–Ne). Параметры чистящего разряда, использованные в лабораторной установке, могут быть масштабированы при их адаптации к условиям ИТЭР.

Определение скорости распыления *r*-С осуществлялось взвешиванием образцов на весах (с точностью 0.5 μg) до и после экспозиции в плазме. Элементный состав образцов до глубины 1 μm определялся методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии. Анализ образцов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) проводился на спектрометре ESCA+ (OMICRON, Германия) в монохроматическом излучении Al K<sub>α</sub> 1486.6 eV. Энергия пропускания анализатора устанавливалась равной 120 eV при измерении обзорного спектра и 20 eV при измерении линий отдельных элементов. Учет влияния зарядки образца проводился смещением энергетической шкалы анализатора так, чтобы пик C 1s углеводородных загрязнений (адсорбированных примесей из атмосферы при переносе образцов) располагался при 285.0 eV.

Рельеф и шероховатость поверхности *r*-С анализировались с помощью атомно-силового микроскопа EnviroScope, США (далее АСМ) в полуконтактном режиме с кремниевым кантилевером радиусом 10 nm, изготовленным фирмой TipsNano (Зеленоград). Морфология поверхности контролировалась с помощью оптического микроскопа (ОМ).

Структура *r*-С изучалась методом дифракции рентгеновских лучей на отражение (схема  $\theta$ –2 $\theta$ ) в излучении Cu K<sub>α</sub> при вращении пластины вокруг оси, нормальной к поверхности, со скоростью 0.7 g/s [17].

Исследование оптических свойств *r*-С проводилось на стенде, собранном из оптоволоконных компонент производства AVANTES (www.avantes.com) с использованием галогеновой лампы как источника света. Ошибка регистрации пропускания в диапазоне 500–800 nm составляла 1 %. Детали измерений описаны в нашей предыдущей



**Рис. 1.** АСМ изображение топографии поверхности  $r$ -С (площадь  $20 \times 20 \mu\text{m}$ ) после механической полировки ( $a$ ) и после экспозиции в ВЧ разряде в смеси  $H_2$ –23 % Ne в течение 12 h ( $b$ ).

работе [17]. Для измерений в диапазоне 190–1200 nm использовался спектрофотометр Shimadzu UV-3101PC (Япония). Ширина пучка света в плоскости измеряемого образца устанавливалась около 1 mm. Высота пучка определялась диафрагмой с круглым отверстием диаметром 7 mm. Образец фиксировался на диафрагме клейкой лентой. Ошибка регистрации пропускания во всем диапазоне была меньше 1 %.

Пленка Al на поверхность пластины  $r$ -С наносилась методом термического испарения алюминия (чистотой 99.99 mass%) с вольфрамовой спирали при давлении  $(4\text{--}8) \cdot 10^{-4}$  Pa. Скорость напыления изменялась в интервале 3–10 nm/s.

## 2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

По данным рентгеновской дифракции  $r$ -плоскость с миллеровскими индексами ( $1\bar{1}02$ ) была параллельна поверхности пластин. Расстояние между  $r$ -плоскостями  $d$ , вычисленное по рефлексу ( $1\bar{1}02$ ) при угле  $2\theta = 25.49^\circ$ , оказалось равным  $(0.3491 \pm 0.0001)$  nm [19] и близким к стандартному значению для монокристалла лейкосапфира [12]. Отжиг на воздухе при  $700^\circ\text{C}$  не приводил к изменению структуры пластин, анализируемой методом рентгеновской дифракции.

Согласно энергодисперсионной спектроскопии, в образцах сапфира присутствовали следы иридия. Элементный состав пластин, определенный с помощью программы MULTIFILM, оказался стехиометрическим: 40 at.% Al и 60 at.% O.

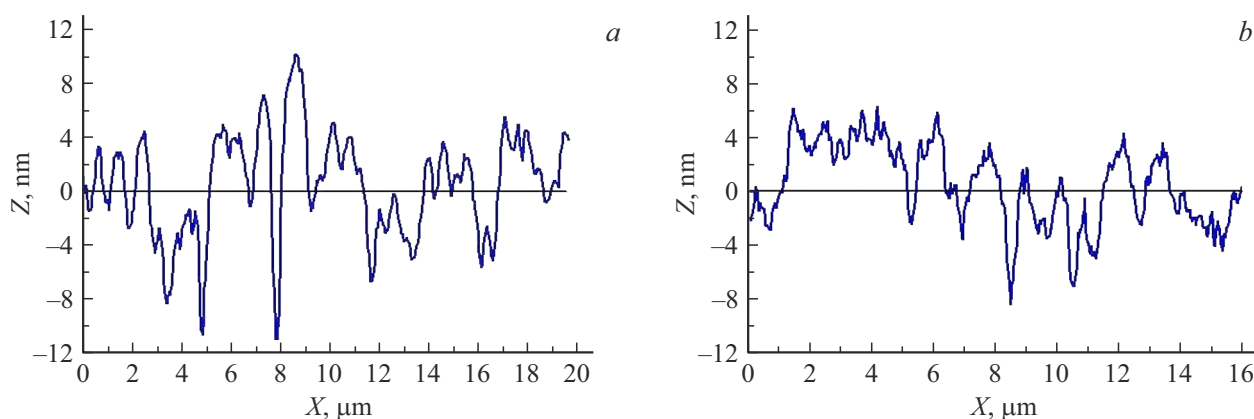
При нормальном падении светового потока КП света в диапазоне длин волн 400–1200 nm в пластинах  $r$ -С составил 85–86 % и был близок к табличным значениям.

Добавление неона в водородную плазму ВЧ разряда увеличивало установившуюся массовую скорость распыления  $r$ -С с  $(3.6 \pm 0.2)$  до  $(9.0 \pm 0.2) \mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$ . При плотности  $r$ -С  $\rho$ , равной  $3.98 \text{ g}/\text{cm}^3$ , линейные скорости распыления составили  $(8.9 \pm 0.1) \text{ nm}/\text{h}$  и  $(22.5 \pm 0.1) \text{ nm}/\text{h}$  соответственно. Экспозиция в плазме не сопровождалась внесением примесей в анализируемый энергодисперсионной спектроскопией поверхностный слой.

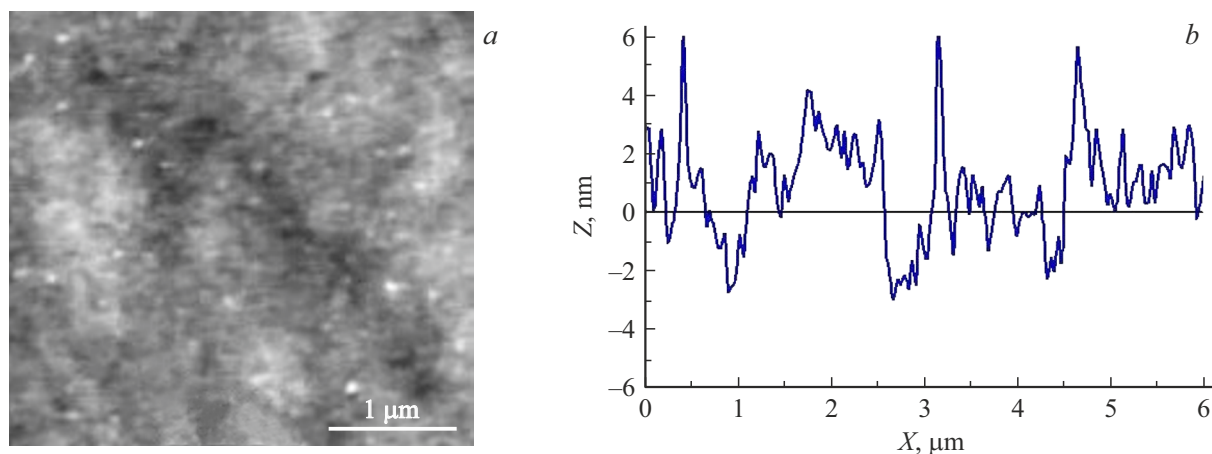
Исходная поверхность  $r$ -С в ОМ выглядела достаточно гладкой. Основные видимые дефекты — это царапины или канавки (шириной около  $1 \mu\text{m}$ ), возникающие при полировке. После 12 h экспозиции в плазме и удаления 270 nm слоя материала полировочные канавки остались. Они равномерно заполняли всю поверхность пластины.

По данным АСМ ширина полировочных канавок на исходной поверхности изменялась от 0.1 до  $0.5 \mu\text{m}$ , а глубина — от 1 до 8–12 nm (рис. 1,  $a$  и 2,  $a$ ). Как правило, глубина ямок в точках пересечения двух канавок больше, чем глубина каждой канавки. В поперечном сечении (рис. 2,  $a$ ), выполненном вдоль белой линии (рис. 1,  $a$ ), по бокам канавок видны выступы или отвалы высотой до 10 nm. Среднеквадратичная шероховатость  $R_q$  составила 5.4 nm.

После экспозиции в разряде полировочные канавки шириной до  $1 \mu\text{m}$  и глубиной до 8 nm (рис. 1,  $b$ , линия 1 и рис. 2,  $b$ ) остались. Отвалы вдоль царапин стали выглядеть менее контрастно. Число канавок на длине в  $16 \mu\text{m}$  уменьшилось с 10 до 8. На мелких, глубиной менее 8 nm, канавках появились перемычки шириной до  $1 \mu\text{m}$ . В про-



**Рис. 2.** Перепады рельефа вдоль линий, показанных на рис. 1, *a* и *b* (линия 1): после механической полировки (*a*); после экспозиции в разряде (*b*).



**Рис. 3.** Топографическое изображение участка поверхности между канавками (*a*) и перепады рельефа вдоль линии 2 на рис. 1, *b* (*b*).

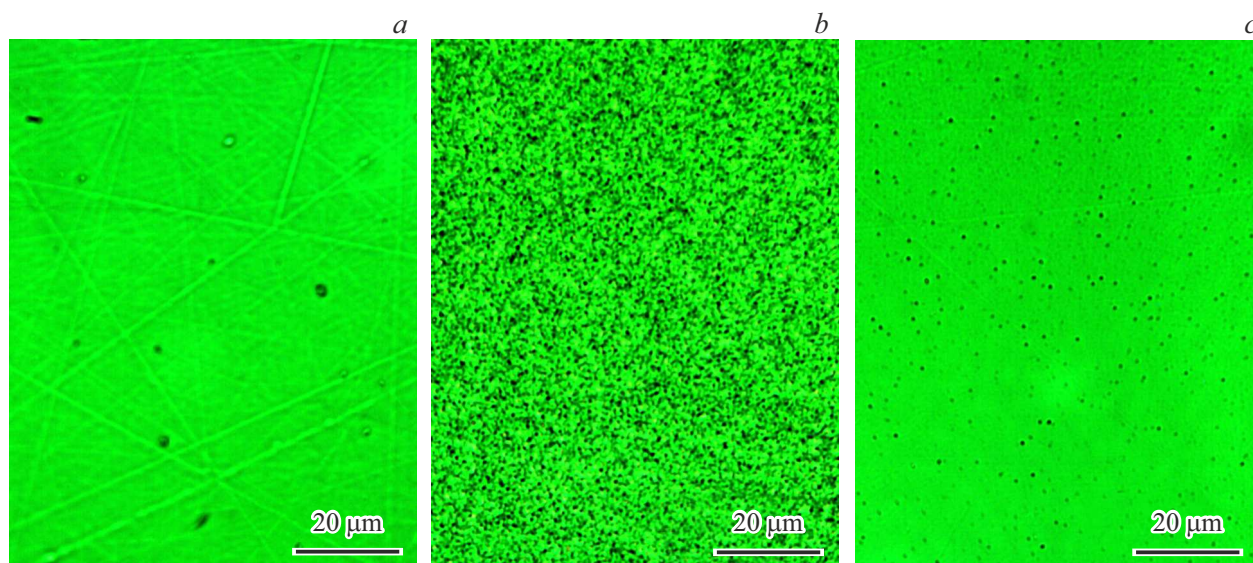
цессе распыления на протяженных канавках возникали короткие пропуски длиной до  $10\text{ }\mu\text{m}$  (рис. 1, *b*). После облучения шероховатость уменьшилась до  $R_q = 3.4\text{ nm}$ . На представленном сечении (рис. 2, *b*) относительно глубокие впадины, отстоящие одна от другой на  $1\text{ }\mu\text{m}$ , — это пересечение кантилевером канавок. Более частые перепады рельефа между канавками — это элементы новой структуры, появившиеся в результате экспозиции в ВЧ разряде.

Возникший тонкий субмикронный рельеф (рис. 3, *a*) можно охарактеризовать чередованием светлых выступов и темных впадин диаметром  $0.1\text{--}0.3\text{ }\mu\text{m}$  высотой и глубиной  $4\text{--}6\text{ nm}$  с поверхностной плотностью  $6 \cdot 10^{12}\text{ cm}^{-2}$ . Типичные формы и размеры выступов и впадин (рис. 3, *b*) показаны на поперечном сечении, построенном вдоль линии 2 длиной  $6\text{ }\mu\text{m}$  (рис. 1, *b*). Отношение  $h/r$  высоты выступов ( $h$ ) к их латеральному размеру ( $r$ ) обычно составляет  $\sim 0.01\text{--}0.02$ . По форме выступы напоминают сегмент шара с радиусом  $R \approx r/2(r/h) \approx 10\text{ }\mu\text{m}$ , много большим  $h$ . Выступы представляются достаточно плоскими островками с углом

наклона боковой поверхности к основанию около  $1^\circ$ . Расстояние между выступами составляло  $0.2\text{--}0.3\text{ }\mu\text{m}$ . Выступы, чередующиеся с впадинами, представляют новый элемент топографического рельефа, сформированного длительным облучением (рис. 3, *b*). Шероховатость на таких участках понизилась до  $R_q = 1\text{--}2\text{ nm}$ .

Приведенные факты указывают на постепенное выведение канавок. Одновременно с удалением полировочных канавок в локальных участках поверхности формируется новая структура из небольших выступов (nanoislands) и впадин (nanocavity, nanoholes) с суммарным перепадом высот, не превышающим  $8\text{--}10\text{ nm}$ . Эти участки имеют пониженную шероховатость ( $R_q < 2\text{ nm}$ ). После 12 h экспозиции в ВЧ разряде коэффициенты пропускания света в диапазоне длин волн  $400\text{--}1000\text{ nm}$ , измеренные на стенде Avantes, практически не изменились по сравнению с первоначальными исходными значениями.

В связи с возможностью повторного осаждения продуктов распыления первой стенки на очищенную поверхность защитного окна, во второй серии опытов по-



**Рис. 4.** Морфология исходной Al пленки в ОМ (а), после экспозиции в ВЧ разряде в смеси  $H_2$ –Ne в течение 20 min (b) и очищенной поверхности сапфира (с).

сле 12-ти часовой экспозиции в ВЧ разряде на пластину  $r$ -С была осаждена пленка Al толщиной 80 nm и массой  $21.6 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  (рис. 4, а). Рисунок морфологии сплошной пленки Al на поверхности полностью копировал рельеф сапфировой подложки (рис. 4, а). КП света пластины с конденсированной пленкой Al не превышал 1 %. Далее была произведена очистка сапфира от пленки Al. Время удаления алюминиевой пленки до полного восстановления пропускания составило около 2 h. Согласно ОМ (рис. 4, b), пленка Al удалялась в основном посредством локального отшелушивания областей площадью  $1\text{--}10 \mu\text{m}^2$ . Темные области на рис. 4, b — это места с открывшейся поверхностью сапфира, сероватые области — отслоившиеся, но не удаленные участки пленки, светло-зеленые области — участки пленки Al, прочно связанные с подложкой. При дальнейшей экспозиции в ВЧ разряде отслоившиеся участки пленки были унесены газовым потоком. Оставшиеся островки Al удалялись физическим распылением вместе с распылением  $r$ -С подложки. Анализ поверхности в АСМ показал, что появившиеся черные точки на очищенной поверхности сапфира (рис. 4, c) соответствуют ямкам.

После суммарной чистки в течение 2.3 h и удаления металлического Al шероховатость увеличилась с начальной  $R_q = 3.4\text{--}3.6 \text{ nm}$  до  $R_q = 4.9\text{--}5.0 \text{ nm}$ . Топографический рисунок поверхности претерпел существенные изменения (рис. 5). Полировочные канавки глубиной до 10 nm оказались почти полностью вытравленными. Сформированная вновь структура поверхности напоминала ячеистую структуру из ямок глубиной 5–10 nm по отношению к окружающим их выступам высотой 3–5 nm. Расстояние между ямками составили  $0.4\text{--}0.6 \mu\text{m}$ . Ширина выступов, окружающих ямки, составила  $0.2\text{--}0.3 \mu\text{m}$ .

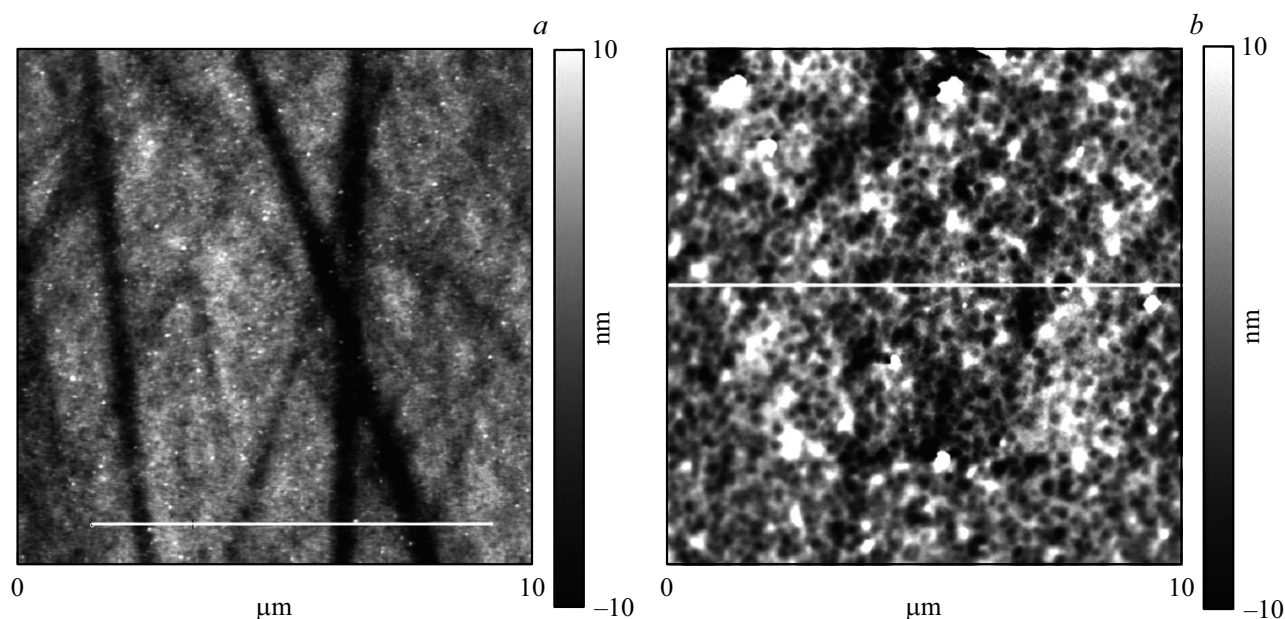
Если до очистки в областях между канавками были сформированы области из выступов и впадин с расстояниями между выступами до  $0.3 \mu\text{m}$  (рис. 6, а), то после очистки от пленки Al расстояние между ямками увеличилось до  $0.6\text{--}0.8 \mu\text{m}$  (рис. 6, b). Углы наклона боковых поверхностей ямок относительно усредненного плоского дна не превышали  $1^\circ$ .

В результате проведенной очистки в ВЧ разряде, пониженное из-за осаждения пленки Al пропускание света было полностью восстановлено до первоначальной величины (рис. 7).

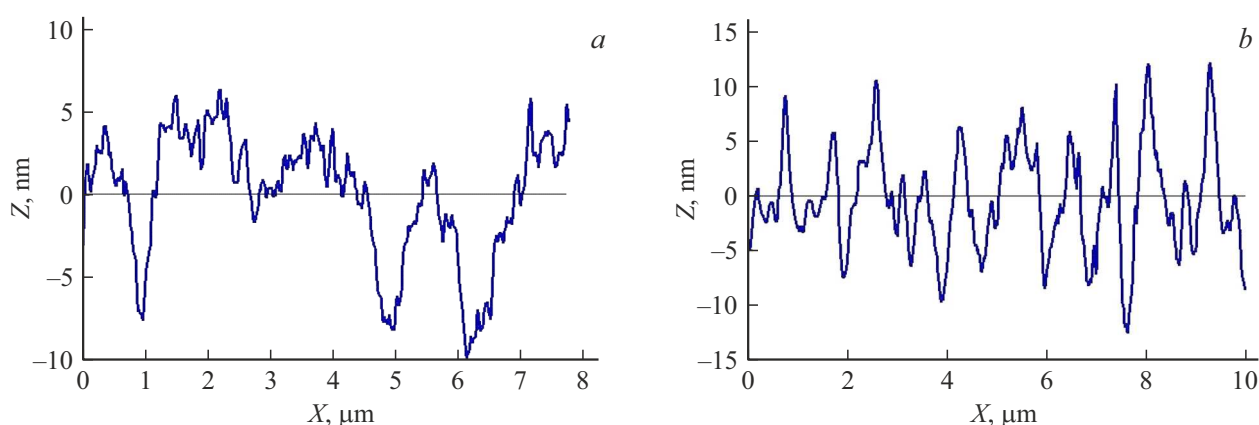
Для наглядности спектр светопропускания разбит на два интервала длин. Можно видеть, что в диапазоне  $300\text{--}700 \text{ nm}$  (рис. 7, а) значения КП исходной пластины (спектр 1) ниже КП, очищенной от пленки алюминия пластины сапфира (спектр 2). Вероятно, дефекты в поверхностном слое сапфира, возникающие при механической полировке, приводят к дополнительным потерям пропускания в интервале  $300\text{--}700 \text{ nm}$ . В этом интервале длин волн спектр 2 совпадает с расчетным спектром 3. Расчеты проводились в программе Optical [20]. Значения коэффициента преломления в диапазоне  $200\text{--}1200 \text{ nm}$  взяты из работ [21,22].

В интервале длин волн  $200\text{--}350 \text{ nm}$  различие между экспериментальными и расчетными спектрами 3, вероятно, вызвано поглощением света различного рода нарушениями структуры. В интервалах длин  $700\text{--}800 \text{ nm}$  (рис. 7, а) и  $900\text{--}1200 \text{ nm}$  (рис. 7, b) светопропускание исходной пластины и пластины, очищенной от пленки Al, практически не различаются и совпадают с расчетным КП с точностью лучшей, чем 1 %. Повышенные колебания КП в интервале  $800\text{--}900 \text{ nm}$  вызваны использованием в этом диапазоне детектора на основе





**Рис. 5.** АСМ изображение топографии поверхности *r*-С после экспозиции в ВЧ разряде в течение 12 h (*a*) и после нанесения и последующей очистки от пленки Al толщиной 80 nm в течение 2.3 h (*b*).



**Рис. 6.** Перепады рельефа вдоль белых линий на рис. 5, *a* (*a*) и *b* (*b*).

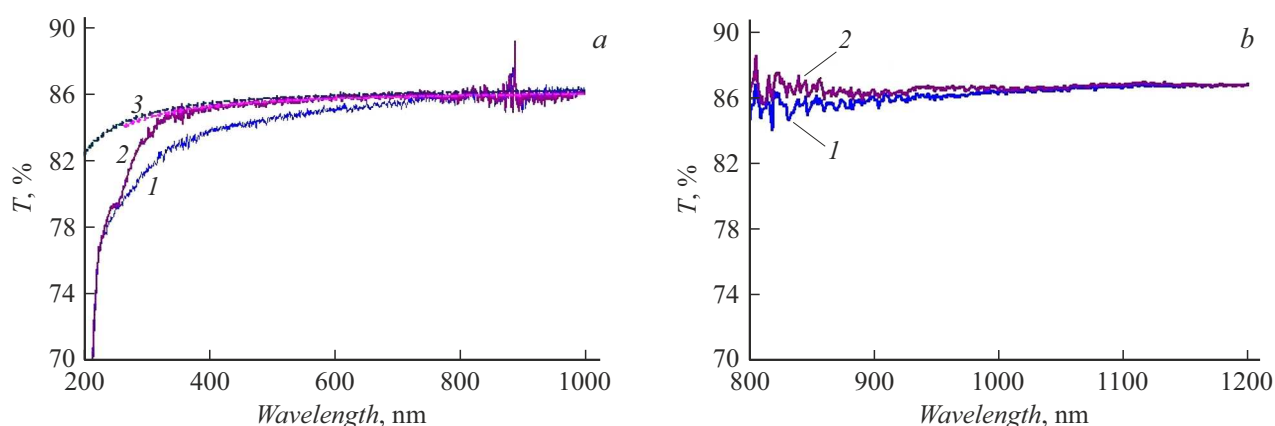
сульфида свинца PbS. Переключение на фотоэлектронный умножитель было задано при 800 nm.

По данным РФЭС в обзорном спектре очищенной пластины представлены только алюминий, кислород и углерод поверхностных загрязнений (рис. 8, *a*). Максимум пика  $Al2p$ , отмеченный стрелкой  $Al^{3+}$  на рис. 8, *b*, соответствует энергии связи 74.6 eV. Анализ положения и ширины этого пика в программе UNIFIT показывает, что алюминий находится только в составе оксида  $Al_2O_3$ . Положение пика фотоэлектронов восстановленного металла с энергией связи 72.6 eV отмечено стрелкой  $Al^0$  на рис. 8, *b*. Отсутствие сигнала фотоэлектронов с энергией связи 72.6 eV (рис. 8, *b*) указывает на то, что на поверхности очищенного сапфира нет металлического Al. Возможно, в процессе распыления в ВЧ разряде и происходило восстановление

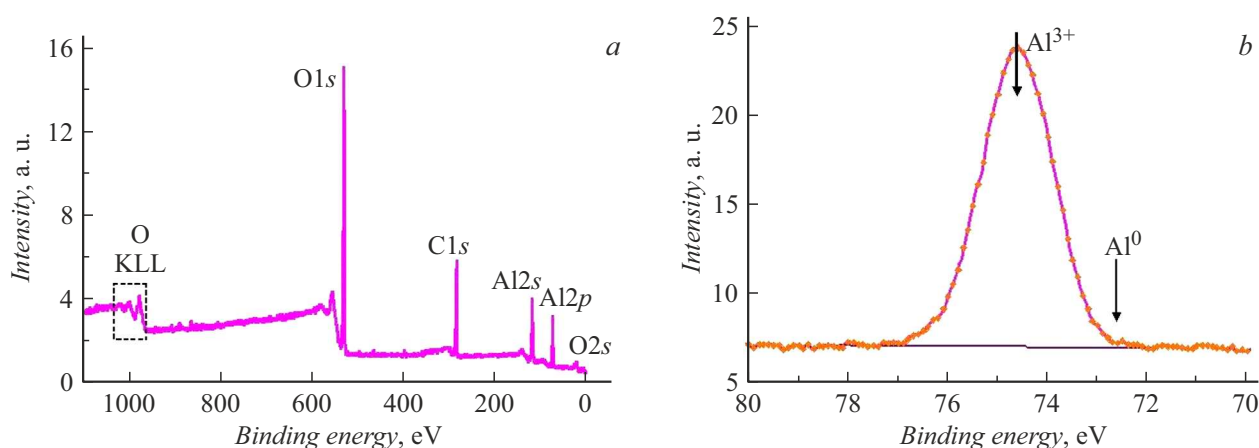
алюминия из оксида в тонком поверхностном слое, но при контакте образца с воздухом металл окислялся до  $Al_2O_3$ .

В связи с предполагаемой периодической чисткой защитного окна от осаждаемых пленок в третьей серии опытов на исходную, механически полированную, поверхность *r*-С три раза осаждали пленку Al толщиной 30–40 nm. После каждого осаждения Al производили очистку пластины в ВЧ разряде  $H_2$ –Ne в течение 1 h. В этом опыте следы полировочных канавок остались (рис. 9), так как суммарное время экспозиции очищаемой поверхности *r*-С не превышало трех часов (толщина удаленного слоя сапфира < 40 nm).

Как и при очистке от Al после длительной экспозиции во второй серии опытов (рис. 5, *b*), поверхность *r*-С представляла ячеистую структуру (рис. 9, *a*).



**Рис. 7.** Коэффициент пропускания света ( $T$ ) пластины  $r$ -С до (1) и после экспозиции в ВЧ разряде в смеси  $H_2$ –23 % Ne в течение 12 h с последующим нанесением пленки Al толщиной 80 nm и очисткой в разряде в течение 2.3 h (2), расчетные КП пластины сапфира (3); интервал длин волн 200–1000 nm (a) и 800–1200 nm (b).



**Рис. 8.** РФЭС спектры поверхности сапфира после экспозиции в ВЧ разряде в смеси  $H_2$ –23 % Ne в течение 12 h с последующим нанесением пленки Al толщиной 80 nm и очисткой в разряде в течение 2.3 h; обзорный спектр (a) и спектр Al 2p (b).

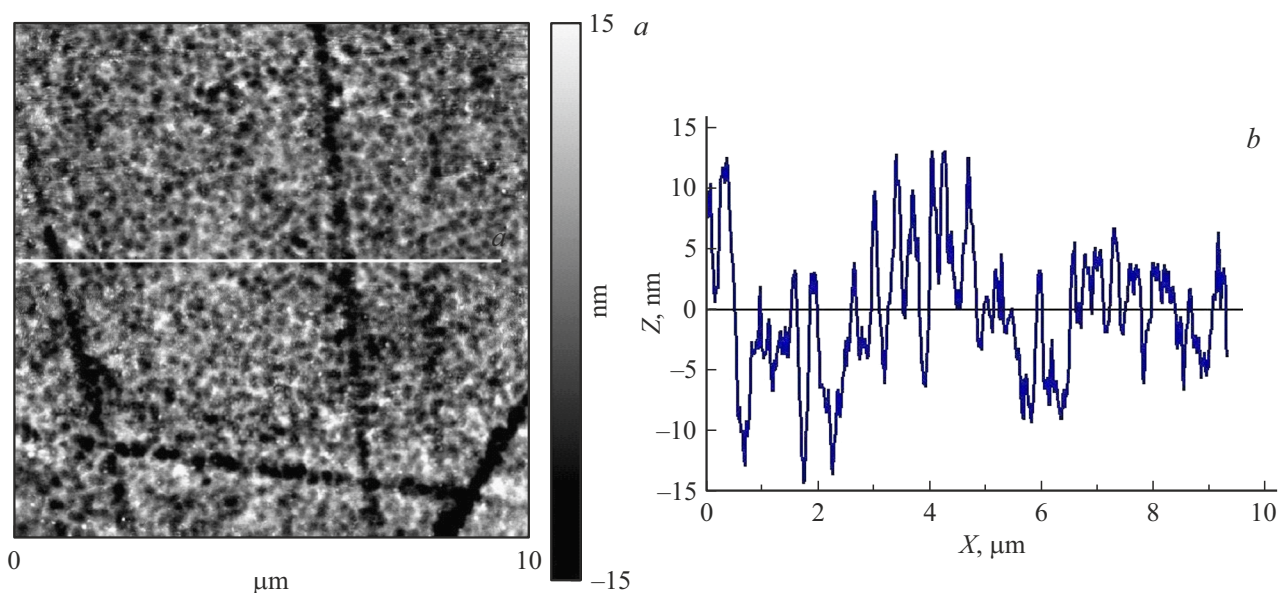
Нанесение и последующее удаление пленки Al привели к формированию нового топографического рисунка поверхности. Вместо рельефа из слабо выраженных выступов и впадин (рис. 10, a) размером в основании до 200 nm появились укрупненные ямки (размером 700–1500 nm), окруженные сравнительно тонкими бортиками (рис. 10, b, c).

После каждого цикла осаждения пленки Al светопропускание  $r$ -С пластины отсутствовало. В результате последующей 40-минутной экспозиции в ВЧ разряде КП сапфира восстанавливался до исходных значений. На рис. 11 показаны КП света после окончательной, третьей очистки от пленки Al. Можно видеть, что значения светопропускания в диапазоне 900–1200 nm исходной пластины 1 и очищенной пластины 2 отличаются менее чем на 1 % (рис. 11).

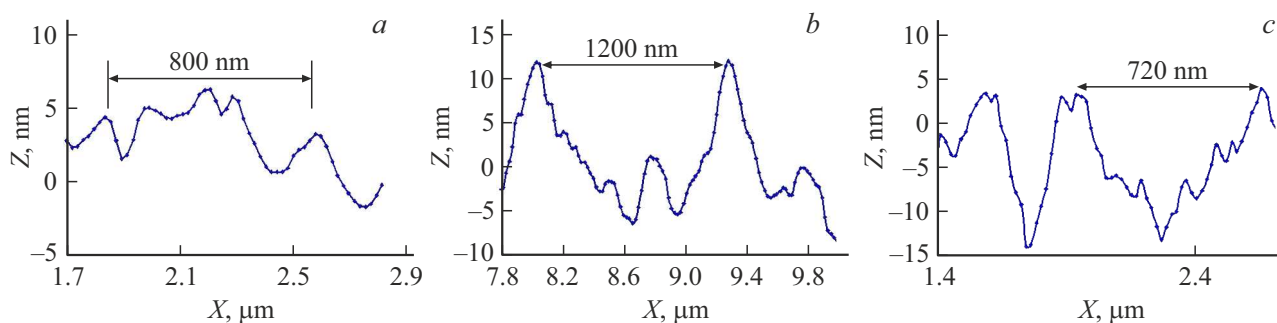
В результате механической полировки поверхность исходных пластин была испещрена полировочными канавками с отвалами (бортиками) вдоль канавок и имела шероховатость  $R_q = 5.4$  nm. После длительной

экспозиции в ВЧ разряде шероховатость уменьшалась до  $R_q = 3.4$  nm, главным образом, за счет распыления бортиков. Преимущественное распыление бортиков, вероятно, связано с их дефектностью. В то же время между канавками появились области новой структуры с  $R_q = 1$ –2 nm. В отличие от распыления бортиков, созданных механической полировкой, в этих областях скорость распыления в локальных впадинах выше, чем на соседних выступах. Однако, начиная с некоторых флюэсов, углубление впадин может прекратиться за счет ионно-стимулированного перемещения комплексов  $Al_xO_y$  в направлении от выступов к впадинам [23–25]. Локальные участки с низкой шероховатостью (рис. 3, a) и сформированными выступами/впадинами (рис. 3, b и 10, a), возможно, являются зарождающимися областями стационарной структуры, возникающей при длительной экспозиции пластины сапфира в ВЧ разряде.

В описываемых экспериментах энергия атомных и молекулярных заряженных частиц водорода и неона, сталкивающихся с мишенью, варьировалась в интервале



**Рис. 9.** АСМ изображение топографии поверхности *r*-С после трехкратного нанесения пленки Al толщиной 30–40 nm и трехкратной очистки в ВЧ плазме,  $R_q = 5.6$  nm (*a*); перепады рельефа по линии, показанной на АСМ изображении (*b*).



**Рис. 10.** Наиболее характерные перепады рельефа в увеличенном масштабе по оси *X*: после длительной экспозиции в ВЧ разряде, линия 2 на рис. 1 (*a*), после однократной очистки, рис. 5, *b* и после трехкратной очистки, *c*).

от 0 до 300 eV [8,10]. Согласно расчетам с использованием программы SRIM, даже для самых легких ионов  $H^+$  с максимальной энергией 300 eV длина пробега не превышала 5 nm [26]. В опытах длина пробега внедряемых ионов была много меньше толщины распыленного слоя (270 nm).

В стационарном состоянии из-за преимущественного распыления кислорода повышенное содержание металлической компоненты оксида в поверхностном слое не зависит от времени экспозиции в разряде в отсутствие диффузии кислорода из объема мишени. Это означает, что в поверхностном слое должно происходить частичное или полное восстановление оксида. В то же время распыляемый поток должен оставаться постоянным и стехиометрическим.

Термодинамические оценки восстановления некоторых оксидов атомарным водородом приведены в работе [27]. Оценка изменения свободной энергии Гиббса ( $\Delta G$ ) при реакции сапфира с атомарным водородом,

проведенная по методике, изложенной в работе [28], показывает, что восстановление  $Al_2O_3$  вполне вероятно.

Если считать, что химический потенциал двух атомов водорода, адсорбированных на поверхности или внедряемых в решетку сапфира на 438 kJ/mol  $H_2$  выше молекулы  $H_2$ , то возможны реакции полного восстановления сапфира с образованием металлического алюминия (1) или частичного восстановления с образованием гидроксида (2). Свободные энергии компонентов реакций взяты из работы [28]:



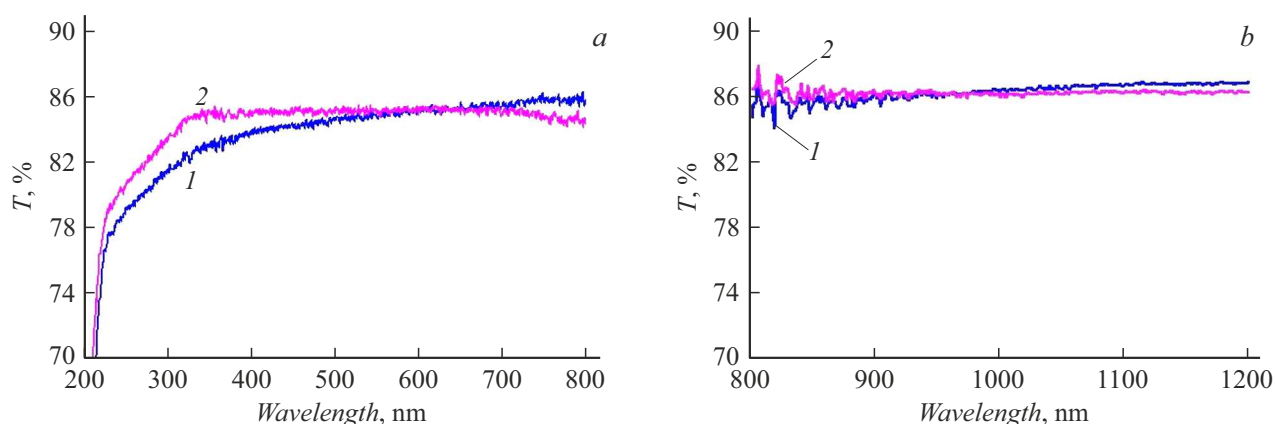
$$\Delta G_{300K} (kJ/(4 \text{ mol. H})) = \Delta G (\text{init.}) - \Delta G (\text{prod.}) \\ = -216.33 \text{ kJ}/(4 \text{ mol. H}).$$



$$\Delta G_{300K} (kJ/(3 \text{ mol. H})) = -171.84 \text{ kJ}/(3 \text{ mol. H}).$$

В пересчете на 1 mol атомарного водорода реакция (2) предпочтительнее.





**Рис. 11.** Коэффициенты пропускания света исходной пластины  $r-C$  (1) и пластины после трехкратного осаждения пленки Al толщиной 30–40 nm и трехкратной чистки в плазме в смеси  $H_2-Ne$  (2). Общее время экспозиции в плазме 2.3 h; интервал длин волн 200–800 nm (a) и 800–1200 nm (b).

Источником распыляемых атомов мишени являются два-три самых верхних атомных слоя [29]. Именно в этих слоях следует ожидать нарушение стехиометрии. Однако потоки остаточных атомов и молекул кислорода ( $\sim 10^{14}$  part/(cm<sup>2</sup> · s)) и вклад ионов неона в суммарный коэффициент распыления могут нивелировать эффект восстановления сапфира. Прямых указаний на восстановление металлического алюминия в описываемых экспериментах не было получено.

Неудачная попытка обнаружить восстановление  $Al_2O_3$  при облучении низкоэнергетическими ионами  $D^+$  и  $He^+$  была предпринята в [30]. В то же время было доказано преимущественное распыление азота в пластинах AlN. Авторы [30] полагают, что из-за отсутствия селективного распыления кислорода использование окон из сапфира перспективно в больших плазменных установках в экспериментах по термоядерной тематике.

Удаление пленки Al во второй серии опытов осуществлялось как посредством отшелушивания локальных участков пленки в первые 10–20 min экспозиции в ВЧ разряде, так и физическим распылением на заключительных этапах очистки. Освободившиеся от Al пленки посредством отшелушивания участки поверхности сапфира начинали распыляться раньше участков, еще покрытых пленкой Al.

На участках, освободившихся от Al, последующая экспозиция в ВЧ разряде в течение 1 h сопровождалась удалением слоя сапфира толщиной 20–30 nm. Отмеченное увеличение шероховатости поверхности с начальной  $R_q = 3.4-3.6$  nm до  $R_q = 4.9-5.0$  nm вызвано неравномерным удалением пленки Al и, как следствие, формированием, по крайней мере, двухуровневой очищенной поверхности  $r-C$ .

Пониженное пропускание света ( $< 1\%$ ) после осаждения пленки Al на поверхность  $r-C$  было полностью восстановлено до первоначальной величины в результате последующей очистки в ВЧ разряде.

Трехкратное осаждение пленки алюминия толщиной 50 nm на исходную механически полированную поверхность и трехкратная очистка в ВЧ разряде в течение 1 h в каждом цикле сопровождалась удалением слоя сапфира толщиной 10–15 nm и развитием ячеистой структуры поверхности на фоне первичных канавок, оставшихся от механической полировки.

Одной из причин появления ячеистой структуры мишени является непосредственно процесс эрозии пленки алюминия с преобладающим отшелушиванием и удалением локальных участков размером 1–3  $\mu m$  (рис. 4, b). В появившихся свободных от Al участках поверхности  $r-C$  в результате распыления формировались углубления (ямки), окруженные областями, покрытыми оставшейся пленкой алюминия. Удаление алюминия физическим распылением из оставшихся областей происходило с запаздыванием относительно отшелушенных участков. Наиболее затруднено удаление алюминия, адсорбированного на поверхностных ступенях  $r-C$ . В результате ямки окружены ступенчатыми бортиками. Похожую ячеистую структуру поверхности авторы наблюдали при очистке стеклообразного кварца КУ-1 от Al пленки в ВЧ разряде смеси  $H_2-10\% N_2$  [31].

После каждого цикла очистки КП пропускания света возвращался к исходным значениям. Окончательный КП после трехкратной чистки оказался на 1 % выше исходных значений во всем интервале длин волн.

Восстановление светопропускания после очистки связано с воздействием ВЧ разряда только на поверхностные слои мишени толщиной не более 30–50 nm. При температурах, не превышающих 100 °C, процесс дефектообразования не распространяется в объем мишени.

Для определения температуры и плотности плазмы в диверторе ИТЭР с помощью ДТР предполагается использовать диапазон длин волн света 800–1100 nm. Однако рассматривается возможность совмещения ДТР с диагностикой лазерно-индуцированной флуоресценции нейтрального и однократно ионизированного гелия в

интервале длин волн 380–710 nm. Проведенные эксперименты показали, что в указанных интервалах длин волн плазменная очистка не ухудшает светопропускание сапфира.

Продemonстрированная в работе стабильность светопропускания пластин  $r\text{-Al}_2\text{O}_3$  после экспозиции в ВЧ разряде в смеси 77 %  $\text{H}_2$ –23 %  $\text{Ne}$  в рассмотренных интервалах длин волн позволяет считать рассматриваемую методику очистки от металлических осадков перспективной для использования в восстановлении светопропускания окон из сапфира в оптических диагностиках строящегося токамака ИТЭР.

Использование защитного окна из сапфира перед „первым“ зеркалом в ряде оптических диагностик ИТЭР вызывает некоторые возражения из-за повреждаемости сапфира нейтронами и понижения КП в области 200–400 nm. На действующих токамаках в отсутствие интенсивных потоков нейтронов использование защитного окна может оказаться полезным. Кроме предполагаемого использования сапфира в качестве защитных окон металлических зеркал, в действующих токамаках широко используются вакуумные окна из сапфира при проведении термографического контроля первой стенки и диверторных пластин (Глобус M2 [32], Tore-Supra [33], JT-60SA [34]), при вводе мощного гиратронного излучения [35]). Эти окна располагаются на сравнительно небольших расстояниях и в прямой видимости плазмы. Вакуумные сапфировые окна предполагается использовать и в ИТЭР [36]. Поэтому вопросы плазменной очистки сапфировых окон остаются актуальными в экспериментах на токамаках.

## Заключение

После двенадцатичасовой экспозиции в ВЧ разряде в смеси 77 %  $\text{H}_2$ –23 %  $\text{Ne}$  и удалении слоя материала толщиной 270 nm шероховатость поверхности  $R_q$  уменьшилась с 5.4 до 3.4 nm.

В топографическом изображении поверхности между оставшимися глубокими канавками появились локальные области (участки) с пониженной шероховатостью ( $R_q = 1\text{--}2\text{ nm}$ ) с чередующимися выступами и впадинами высотой и глубиной до 10 nm. Возможно, эти области являются зарождающимися элементами стационарной структуры, полностью сформированной при больших толщинах удаленного поверхностного слоя.

Стехиометрический состав как самых верхних нанометровых, так и более глубоких микронных слоев не претерпел изменений. Селективное распыление кислорода в оксиде со сравнительно легким катионом  $\text{Al}^{3+}$  в восстановительной среде с атомами и ионами водорода не наблюдалось. Под действием плазмы проявился полирующий эффект на первоначальной поверхности с канавками. Пропускание света в интервале длин волн 400–1000 nm осталось неизменным.

После нанесения на сформированную поверхность пленки алюминия толщиной 80 nm проводилось ее удаление в ВЧ разряде посредством отшелушивания и физического распыления. Полная очистка от Al в течение 1 h сопровождалась удалением слоя сапфира толщиной 20–30 nm. Вновь сформированный поверхностный рельеф при выведении первичных канавок представлял ячеистую структуру из ямок глубиной 5–10 nm относительно окружающих их выступов высотой 3–5 nm. Пониженное пропускание света ( $< 1\%$ ) после осаждения пленки Al было полностью восстановлено до первоначальной величины в результате последующей очистки в ВЧ разряде.

Трехкратное осаждение пленки Al толщиной 30–40 nm на исходную механически полированную поверхность и трехкратная очистка в ВЧ разряде в течение 1 h в каждом цикле сопровождалась удалением слоя сапфира толщиной 10–15 nm. В перечисленных циклах очистки пленка алюминия удалялась сначала отслоением отдельных участков площадью  $1\text{--}3\text{ }\mu\text{m}^2$ , а затем физическим распылением. Удаление участков металлической пленки ее отшелушиванием явилось одной из причин развития ячеистой структуры поверхности. После каждого цикла очистки КП пропускания света возвращался к исходным значениям. Окончательный КП после трехкратной чистки оказался на 1 % выше исходных значений во всем интервале длин волн.

Продemonстрированная в работе стабильность светопропускания пластин  $r\text{-Al}_2\text{O}_3$  после экспозиции в ВЧ разряде в смеси 77 %  $\text{H}_2$ –23 %  $\text{Ne}$  позволяет считать рассматриваемую методику удаления металлических осадков перспективной для использования в восстановлении светопропускания защитных окон перед первым зеркалом в диагностике диверторного томсоновского рассеяния и вакуумных окон различных оптических диагностик в строящемся токамаке ИТЭР.

## Благодарности

Рентгеноструктурный анализ, анализ поверхности с помощью РФЭС, исследование с помощью АСМ поверхности образцов, измерение светопропускания сапфира на спектрофотометре были выполнены на оборудовании ЦКП ФМИ ИФХЭ РАН.

## Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ 1023033100314-3-1.4.3.

Постановка задачи и формулировка технических требований к сапфировому окну системы сбора рассеянного излучения диагностики ТР (разд. Введение и постановка задачи) выполнены при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания 124031800036-2.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] E.E. Mukhin, V.V. Semenov, A.G. Razdobarin, S.Yu. Tolstyakov, M.M. Kochergin, G.S. Kurskiev, K.A. Podushnikova, S.V. Masyukevich, D.A. Kirilenko, A.A. Sitnikova, P.V. Chernakov, A.E. Gorodetsky, V.L. Bukhovets, R.Kh. Zalavutdinov, A.P. Zakharov, I.I. Arkhipov, Yu.P. Khimich, D.B. Nikitin, V.N. Gorshkov, A.S. Smirnov, T.V. Chernozumskaja, E.M. Khilkevitch, S.V. Bulovich, V.S. Voitsenya, V.N. Bondarenko, V.G. Konovalov, I.V. Ryzhkov, O.M. Nekhaieva, O.A. Skorik, K.Yu. Vukolov, V.I. Khripunov, P. Andrew. Nucl. Fusion, **52**, 013017 (2012). DOI: 10.1088/0029-5515/52/1/013017
- [2] E.E. Mukhin, G.S. Kurskiev, A.V. Gorbunov, D.S. Samsonov, S.Yu. Tolstyakov, A.G. Razdobarin, N.A. Babinov, A.N. Bazhenov, I.M. Bukreev, A.M. Dmitriev, D.I. Elets, A.N. Koval, A.E. Litvinov, S.V. Masyukevich, V.A. Senitchenkov, V.A. Solovei, I.B. Tereschenko, L.A. Varshavchik, A.S. Kukushkin, I.A. Khodunov, M.G. Levashova, V.S. Lisitsa, K.Yu. Vukolov, E.B. Berik, P.V. Chernakov, A.I.P. Chernakov, An.P. Chernakov, P.A. Zatilkin, N.S. Zhiltsov, D.D. Krivoruchko, A.V. Skrylev, A.N. Mokeev, P. Andrew, M. Kempnaars, G. Vayakis, M.J. Walsh. Nucl. Fusion, **59** (8), 086052 (2019). DOI: 10.1088/1741-4326/ab/cd5
- [3] A. Litnovsky, V.S. Voitsenya, R. Reichle, M. Walsh, A.G. Razdobarin, A. Dmitriev, N.A. Babinov, L. Marot, L. Moser, R. Yan, M. Rube, S. Moon, S.G. Oh, P. Shigin, A. Krimmer, V. Kotov, P. Mertens. Nucl. Fusion, **59** (6), 066029 (2019). DOI: 10.1088/1741-4326/ab1446 FIP/1-4
- [4] D. Samsonov, I. Tereschenko, E. Mukhin, A. Gubal, Yu. Kapustin, V. Filimonov, N. Babinov, A. Dmitriev, A. Nikolaev, I. Komarevtsev, A. Koval, A. Litvinov, G. Marchii, A. Razdobarin, L. Snigirev, S. Tolstyakov, G. Marinin, D. Terentev, A. Gorodetsky, R. Zalavutdinov, A. Markin, V. Bukhovets, I. Arkhipushkin, A. Borisov, V. Khripunov, V. Mikhailovskii, V. Modestov, I. Kirienko, I. Buslakov, P. Chernakov, A. Mokeev, M. Kempnaars, P. Shigin. E. Drapiko. Nucl. Fusion, **62** (6), 086014 (2022). DOI: 10.1088/1741-4326/ac544d
- [5] S. Moon, P. Peterson, M. Rubel, E. Fortuna-Zalesna, A. Widdowson, Jachmich, A. Litnovsky, E. Alves, JET Contributors. Nucl. Mater. Energy, **19**, 59 (2019). DOI: 10.1016/j.nme.2019.02.009
- [6] A. Bortolon, R. Maingi, A. Nagy, J. Ren, J.D. Duran, A. Maan, D.C. Donovan, J.A. Boedo, D.L. Rudakov, A.W. Hyatt, T.W. Wilks, M.W. Shafer, C.M. Samuell, M.E. Fenstermacher, E.P. Gilson, R. Lunsford, D.K. Mansfield, T. Abrams, R. Nazikian and the DIII-D team. Nucl. Fusion, **60** (12), 126010 (2020). DOI: 10.1088/1741-4326/abaf31
- [7] W. Xu, Z. Sun, R. Maingi, G.Z. Zuo, Y.W. Yu, C.L. Li, Y.H. Guan, Z.T. Zhou, X.C. Meng, M. Huang, L. Zhang, W. Gao, J.S. Hu. Nucl. Mater. Energy, **34** (3), 101359 (2023). DOI: 10.1016/j.nme.2022.101359
- [8] A.M. Dmitriev, A.G. Razdobarin, L.A. Snigirev, D.I. Elets, I.M. Bukreev, N.A. Babinov, L.A. Varshavchik, E.E. Mukhin, D.S. Samsonov, S.Yu. Tolstyakov, An.P. Chernakov, D.V. Kovalenko, V.L. Pogkovyrov, A.D. Yaroshevskaya, V.A. Barsuk, I.B. Kupriyanov, V.L. Bukhovets, A.E. Gorodetsky, A.V. Markin, R.Kh. Zalavutdinov, I.A. Arkhipushkin, S.A. Krat, V.I. Polskij, A.F. Gurbich. Nucl. Mater. Energy, **30**, 101111 (2022). DOI: 10.1016/j.nme.2021.101111
- [9] F. Leipold, R. Reichle, C. Vorppahl, E.E. Mukhin, A.M. Dmitriev, A.G. Razdobarin, D.S. Samsonov, L. Marot, L. Moser, R. Steiner, E. Meyer. Rev. Sci. Instrum., **87** (11), 11D439 (2016). DOI: 10.1063/1.4962055
- [10] V.L. Bukhovets, A.E. Gorodetsky, R.Kh. Zalavutdinov, A.V. Markin, L.P. Kazansky, I.A. Arkhipushkin, A.P. Zakharov, A.M. Dmitriev, A.G. Razdobarin, E.E. Mukhin. Nucl. Mater. Energy, **12**, 458 (2017). DOI: 10.1016/j.nme.2017.05.002
- [11] E.R. Dobrovinskaya, L.A. Litvinov, V. Pishchik. *Sapphire. Material, Manufacturing Applications* (Springer Science + Business Media, LLC 2009), DOI: 10.1007/978-0-387-85695-7
- [12] L.A. Litvinov. Ch. 13. *Aluminum Oxide*. In *Single Crystal of Electronic Materials* (Elsevier, 2019), p. 447–485. DOI: 10.1016/B978-0-08-102029-8.00013
- [13] V.F. Tkachenko, O.A. Lukienenko, A.T. Budnikov, E.A. Vovk, S.I. Krivonogov, A.Ya. Dan'ko. Functional Materials, **18** (2), 171 (2011).
- [14] A. Kallenbach, M. Bernert, R. Dux, L. Casali, T. Eich, L. Giannone, A. Herrmann, R. McDermott, A. Mlynek, H.W. Müller, F. Reimold, J. Schweinzer, M. Sertoli, G. Tardini, W. Treutterer, E. Viezzer, R. Wenninger, M. Wischmeier. ASDEX Upgrade Team. Plasma Phys. Control. Fusion, **55**, 124041 (2013). DOI: 10.1088/0741-3335/55/12/124041
- [15] M. Marin, J. Citrin, C. Giroud, C. Bourdelle, Y. Camenen, L. Garzotti, A. Ho, M. Sertoli JET Contributors. Nucl. Fusion, **63**, 016019 (2023). DOI: 10.1088/1741-4326/aca469
- [16] С.С. Довганюк, Л.Б. Беграмбеков, Ю.И. Рукина, Е.А. Нарских. Матер. XXVIII Междунар. конф. „Взаимодействие плазмы с поверхностью“, Сб. науч. тр. (НИЯУ МИФИ, М., 2025), с. 76.
- [17] А.Е. Городецкий, Л.А. Снигирев, А.В. Маркин, В.Л. Буховец, Т.В. Рыбкина, Р.Х. Залавутдинов, А.Г. Раздобарин, Е.Е. Мухин, А.М. Дмитриев. ЖТФ, **92** (10), 1595 (2022). DOI: 10.21883/JTF.2022.10.53252.108-22 [A.E. Gorodetsky, L.A. Snigirev, A.V. Markin, V.L. Bukhovets, T.V. Rybkina, R.Kh. Zalavutdinov A.G. Razdobarin, E.E. Mukhin, A.M. Dmitriev, Tech. Phys., **67** (10), 1373 (2022). DOI: 10.21883/TF.2022.10.54365.108-22]
- [18] T. Nakamura, H. Matsuhashi, Y. Nagatomo. OKI Tecn. Rev., **71** (4), 200, 66 (2004).
- [19] А.Е. Городецкий, А.В. Маркин, В.Л. Буховец, Т.В. Рыбкина, Р.Х. Залавутдинов, А.П. Захаров, Е.Е. Мухин, А.Г. Раздобарин. Письма в ЖТФ, **50** (21), 15 (2024). DOI: 10.61011/PJTF.2024.21.58952.2016 [A.E. Gorodetsky, A.V. Markin, V.L. Bukhovets, T.V. Rybkina, R.Kh. Zalavutdinov, A.P. Zakharov, A.G. Razdobarin, E.E. Mukhin, A.M. Dmitriev. Tech. Phys. Lett., **50** (11), 12 (2024).]
- [20] E. Centurioni. Appl. Opt., **44** (35), 7532 (2005). DOI: 10.1364/AO.44.007532
- [21] I.H. Malitson. J. Opt. Society America, **52** (12), 1377 (1962). DOI: 10.1364/jOSA.52.001377
- [22] I.H. Malitson, M.J. Dodge. J. Opt. Society America, **62**, 1405 (1972).

- [23] R. Cuerno, J.S. Kim. J. Appl. Phys., **128**, 180902 (2020). DOI: 10.1063/5.0021308
- [24] Q. Bi, Z. Chen, Y. Liu, L. Tang, Y. Xi, W.Liu. Coatings, **10**, 949 (2020). DOI: 10.3390/coatings10100949
- [25] B. Kahng, H. Jeong, A.-L. Barabasi. Appl. Phys. Lett., **78** (6), 805 (2001). DOI: 10.1063/1.1343468
- [26] Электронный ресурс. SRIM-2008. *The stopping and range of ions in materials*. Режим доступа: <http://www.SRIM.org/>
- [27] K.C. Sabat, P. Rajput, R.K. Paramguru, B. Bhoi, B.K. Mishra. Plasma Chem. Plasma Process, **34**, 1 (2013). DOI: 10.1007/s11090-013-9484-2
- [28] D.D. Wagman, W.H. Evans, V.B. Parker, R.H. Schumm, I. Halow, S.M. Bailey, K.L. Churney, R.L. Nutall. J. Phys. Chem. Reference Data, **11**, Supplement 2, 407 (1982).
- [29] В. Экштайн. *Компьютерное моделирование взаимодействия частиц с поверхностью твердого тела* (Мир, М., 1995) [W. Eckstein. *Computer Simulation of Ion-Solid Interactions* (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1991)]
- [30] M.I. Patino, R.P. Dorner, G.R. Tynan. Nucl. Mater. Energy, **23**, 100753 (2020). DOI: 10.1016/j.nme.2020.100753
- [31] А.Е. Городецкий, А.В. Маркин, В.Л. Буховец, В.И. Золотаревский, Р.Х. Залавутдинов, Е.Е. Мухин, А.Г. Раздобарин. Поверхность. Рентген., синхротрон., и нейтрон. исслед., **7**, 1 (2021). DOI: 10.31857/S1028096021070050 [А.Е. Gorodetsky, A.V. Markin, V.L. Bukhovets, V.I. Zolotarevsky, R.Kh. Zalavutdinov, E.E. Mukhin, A.G. Razdobarin. J. Surf. Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, **15** (4), 660 (2021).]
- [32] В.А. Токарев, В.К. Гусев, Н.А. Хромов, А.В. Воронин, Ю.В. Петров, Н.В. Сахаров, А.Н. Новохацкий, В.Б. Минаев, В.И. Варфоломеев, И.М. Балаченков, А.Ю. Тельнова, П.Б. Щеголев, Н.Н. Бахарев, Г.С. Курскиеv, Е.О. Киселев, М.И. Патров, Е.А. Тюхменева, С.Ю. Толстяков. *48 Международная (Звенигородская) конференция по физике плазмы и УТС* (15–19 марта 2021, Звенигород), DOI: 10.34854/ICPAF.2021.48.1.039
- [33] G. Guilhem, J.L. Bondil, B. Bertrand, C. Desgrangers, M. Lipa, P. Messina, M. Missirlian, C. Portfaix, Reichle, H. Roche, A. Saille. Fusion Eng. Design, **74** (1–4), 879 (2005). DOI: 10.1016/j.fusengdes.2005.08.021
- [34] T. Szepeci, S. Devis, N. Hajnal, K. Kamaiya, G. Kocsis, Á. Kovácsik, N. Oyama, C. Sozzi, S. Zoletnik. Fusion Eng. Design, **153**, 111505 (2020). DOI: 10.1016/j.fusengdes.2020.111505
- [35] R. Magne, C. Darbos, S. Alberti, A. Barbuti, F. Bianchard, P. Cara. *International Vacuum Electronics Conference* (Monterey. CA. USA, 2000), DOI: 10.1109/OVE:EC.2000.847558
- [36] V.S. Udintsev, P. Maquet, N. Gimbert, T. Giacomini, J. Guirao, S. Iglesias, Ch. Vacas, M.J. Walsh, S. Pak, B. Conway, M. Dopena, J.-M. Drevon, G. Eaton, S. Hughes, T. Darby, R. Bamber. IEEE Transactions on Plasma Science, **47** (1), 864 (2019). DOI: 10.1109/TPS.2018.28979407