

УДК 533.924; 621.039.66

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ И ЧИСЛЕННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ УГЛЕРОДНОЙ ПЛЕНКИ НА ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЗЕРКАЛ

**В.Н. Бондаренко¹, А.И. Беляева², В.С. Войценья¹, А.А. Галуза², В.Г. Коновалов¹,
Д.И. Найденкова¹, А.Н. Шаповал¹, А.Ф. Штань¹, С.И. Солодовченко¹**

¹ННЦ "Харьковский физико-технический институт", Украина, 61108, г. Харьков, ул. Академическая, 1

²НТУ «Харьковский политехнический институт», Украина, 61002, г. Харьков, ул. Фрунзе, 21

Поступила в редакцию 5 марта 2005 г.

Перенос материала эрозии внутри камеры термоядерной установки и осаждение его на поверхностях, удаленных от объема удержания плазмы, является одной из причин ухудшения свойств внутренних диагностических зеркал. Основной компонент в осадке – углерод, т. к. материалом защиты стенок камеры и диверторных пластин является графит. Для изучения эффектов, связанных с загрязнением зеркал, были проведены модельные эксперименты с а–С пленками, осажденными на зеркала из нержавеющей стали на действующей термоядерной установке Large Helical Device (LHD), а также на зеркала из Мо и пластины из стекла на специальных стендах. После извлечения зеркал из установок, их отражающая способность постепенно восстанавливалась на стенде в ИФП ННЦ ХФТИ под воздействием ионов дейтериевой плазмы. Методами эллипсометрии определены оптические константы пленок (n и k) на длине волны $\lambda=632,8$ нм и их толщина. Измерен спектральный коэффициент отражения зеркал и стекол с а–С пленкой при нормальном падении. Получена динамика этих параметров в ходе удаления пленки. Путем программного выбора из базы данных $n(\lambda)$ и $k(\lambda)$ углеродсодержащих пленок найдены удовлетворительные подгонки коэффициента отражения исследуемых зеркал.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: внутрикамерные диагностические зеркала, углеродсодержащие пленки, восстановление оптических характеристик, дейтериевая плазма, эллипсометрические данные пленок

В термоядерных установках с большой длительностью разрядного импульса (≥ 100 сек) ухудшение свойств диагностических зеркал, расположенных внутри вакуумной камеры, может вызываться двумя главными причинами. Одна – бомбардировка атомами перезарядки во время рабочих разрядов и ионами плазмы тлеющего разряда в процессе чистки камеры при подготовке ее к работе, если во время процедур чистки зеркала не защищены задвижками. Бомбардировка частицами ведет к развитию поверхностной шероховатости и к деградации оптических свойств. Другая причина – переосаждение материала подвергающихся эрозии внутрикамерных компонентов, что приводит к загрязнению зеркальной поверхности. Роль распыления атомами перезарядки в деградации зеркал удалось выяснить в экспериментах по моделированию поведения зеркал в термоядерном реакторе. Благодаря этому были предложены меры по подавлению развития шероховатости [1]. Намного меньше известно в настоящее время об особенностях переноса эродированного материала внутри вакуумной камеры термоядерной установки и осаждения его на те внутренние элементы конструкции, которые удалены от объема удержания плазмы, в том числе и на поверхности внутренних зеркал. В действующих термоядерных установках главным компонентом в продуктах эрозии является углерод, поскольку для защиты стенок камеры используются углеграфитовые материалы. Подобная проблема может оказаться серьезной и при работе Международного Экспериментального Термоядерного Реактора (ITER), где углерод-углеродные композиты планируется использовать в качестве материала диверторных пластин, в связи с чем необходимо проведение модельных экспериментов как на специальных стендах, так и на действующих термоядерных установках.

Настоящая статья посвящена компьютерному моделированию роли аморфных углерод-содержащих пленок, осажденных на металлических зеркалах в различных условиях, включая образцы, экспонированные в LHD. Для различных образцов основные оптические параметры (зеркальный коэффициент отражения при нормальном падении, показатель преломления, коэффициент экстинкции пленки) и толщина пленки изучались, главным образом, в ходе процедуры восстановления отражательной способности зеркал, проведенной в ИФП ННЦ ХФТИ (на стенде ДСМ-2) под воздействием ионов дейтериевой плазмы, образованной разрядом в пробочной магнитной конфигурации в условиях электронного циклотронного резонанса [2].

АППАРАТУРА ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТА И ВЛИЯНИЕ НЕКОГЕРЕНТНОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА ОТ ОБРАЗЦА

Измерения зеркального компонента спектрального коэффициента отражения (КО) в диапазоне длин волн 250÷650 нм, при нормальном падении света проводились с использованием стандартного монохроматора с самодельной приставкой, собранной по схеме, описанной Толанским [3]. Та же схема использовалась и для измерения коэффициентов пропускания стекол с пленкой. При многократных измерениях КО этой системой во всем диапазоне длин волн было установлено, что его максимальное относительное отклонение $\varepsilon \leq 1,5\%$. В

среднем по диапазону, $\varepsilon \approx 0,7\%$. Эти величины приведены для КО, принимающего значения от 12 до 58 %. Здесь учтено, что измерения проводились при последовательных экспозициях, когда затруднено попадание в одну и ту же точку образца. Для стекла с поглощающей пленкой максимальное относительное отклонение $\varepsilon \leq 2\%$, когда измеренный коэффициент пропускания (КП) принимает значения 30÷34 %.

Измерения с помощью лазерного фотоэлектрического эллипсометра (модель ЛЭФ-3М-1, [4]) проводились при комнатной температуре на длине волны $\lambda=632,8$ нм под различными углами падения. Для уменьшения ошибок измерения эллипсометрических характеристик приблизительно до $\leq \pm 0,04^\circ$ для Ψ и $\leq \pm 0,06^\circ$ для Δ использовалось усреднение по четырем зонам. Абсолютная ошибка в величине коэффициента отражения при нормальном падении [5], рассчитанного по оптическим показателям для образца с пленкой, $\leq \pm 2\%$.

Влияние некогерентного рассеяния от образца вблизи зеркального компонента на измерения нуль-эллипсометрии обсуждалось в [6]. Было показано, что некогерентное рассеяние не влияет существенно на Ψ и Δ . Эти величины, измеренные при помощи эллипсометрии, относительно нечувствительны и к макроскопическим неровностям [7 с.91].

Ниже описаны результаты экспериментов с пленками на основе углерода на металлических зеркалах из нержавеющей стали и молибдена (С/SS, С/Мо) и образцах С/стекло-свидетель, подвергшихся осаждению, а также очистке пленки с зеркал дейтериевой плазмой. Образец С/стекло-свидетель очистке от пленки не подвергался. Данные экспериментов (измеренные и восстановленные из оптических констант коэффициенты отражения зеркал, отражения и пропускания образцов-свидетелей), в основном, мало чувствительны к некогерентному отражению вблизи зеркального компонента, как следует из [6]. Было замечено только слабое уменьшение зеркального компонента, измеренного при нормальном падении, по сравнению с КО, восстановленным из данных нуль-эллипсометрии, на промежуточных толщинах пленки на образце С/Мо.

ПЛЕНКИ НА ОБРАЗЦАХ ЗЕРКАЛ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ, ЭКСПОНИРОВАННЫХ В LHD

Три образца из нержавеющей стали были экспонированы в вакуумной камере LHD в ходе 3^й экспериментальной кампании. Подробные характеристики рабочих режимов установки и процедур подготовки камеры описаны в [8]. Схема размещения образцов приведена в [8, 9]. Другие экспериментальные данные – в [10, 11]. Перед установкой в LHD, после шлифовки и полировки образцы промывались в ультразвуковой ванне с ацетоном, и начальные спектральные коэффициенты отражения (КО) промытых образцов при нормальном падении $R_m(\lambda)$ в диапазоне $\lambda=250\div 650$ нм оказались очень близкими. После извлечения образцов из вакуумной камеры LHD было обнаружено существенное изменение коэффициента отражения всех образцов по сравнению с начальным уровнем. КО заметно увеличился для образца №3, располагавшегося близко к объему удержания плазмы, вероятно, из-за удаления остаточной пленки, появление которой было вызвано промывкой в ацетоне. Так как все образцы были подготовлены идентично, то подобная органическая пленка должна была изначально существовать и на двух других образцах. Образцы №1 (в области дивертора) и №5 (в диагностическом патрубке, далеко от плазмы), покрылись довольно толстым осадком, в результате чего их коэффициенты отражения значительно понизились. Данные измерений AES (Оже-электронной спектроскопии) и RBS (резерфордского обратного рассеяния), выполненных группой LHD, показали, что слой на образце №1 состоял главным образом из С (~40 ат. %) и Fe (~40 ат. %), а для образца №5 – из С (~90 ат. %) и Н (~10 ат. %) [8]. Можно предположить, что для этих двух образцов начальная пленка после промывки (подслой) была покрыта (замурована) более толстым слоем (или слоями) уже внутри вакуумной камеры LHD во время рабочих разрядов и в ходе проведения процедур подготовки камеры, что и вызвало наблюдаемое снижение коэффициентов отражения.

Для изучения слоев загрязнения при промежуточных толщинах пленки, образцы №1 и №5 подвергались чистке в низкотемпературной дейтериевой плазме на стенде ДСМ-2 [2] в двух заданных режимах: “мягкая” чистка с энергией ионов <15 эВ, и “жесткая” чистка с энергией ионов ~300 эВ. Процедура очистки проводилась отдельно для каждого образца и состояла из 13 экспозиций (до 225 минут в общей сложности), сопровождаемых измерениями $R_m(\lambda)$ вне установки. Процедура очистки была прекращена после того, как спектральный коэффициент отражения обоих образцов приблизился к зависимости $R_m(\lambda)$ для образца №3, который оказался полностью очистившимся при извлечении его из LHD. Для компьютерного моделирования КО подложки использовались оптические константы $n_s(\lambda)$ и $k_s(\lambda)$ чистого образца из нержавеющей стали.

При проведении компьютерной имитации экспозиций, для образца №5 использовались разные наборы спектральных оптических констант и разные толщины пленки, чтобы приблизить рассчитанные зависимости $R_c(\lambda)$ к зависимостям $R_m(\lambda)$, измеренным после каждой экспозиции с очисткой (рис. 1). Толщина пленки, d_{INTERF} , при которой появляется первый интерференционный минимум отражения $R_m(d_{\text{INTERF}})$ при $\lambda=650$ нм, рассматривалась, как один из начальных критериев достижения удовлетворительной подгонки КО по формуле Хасса [5], поскольку необходимо достижение подгонки данных КО во всем спектральном диапазоне. Цель подгонки – максимально точная имитация КО в серии экспозиций. Поэтому на следующих этапах проводилось сравнение $R_m(\lambda)$ и расчетной зависимости $R_c(\lambda)$, с исключением расчетных кривых: (i) имеющих неприемлемый наклон относительно оси λ , или (ii) не соответствующих экспериментальным величинам d_{INTERF} . Зависимость

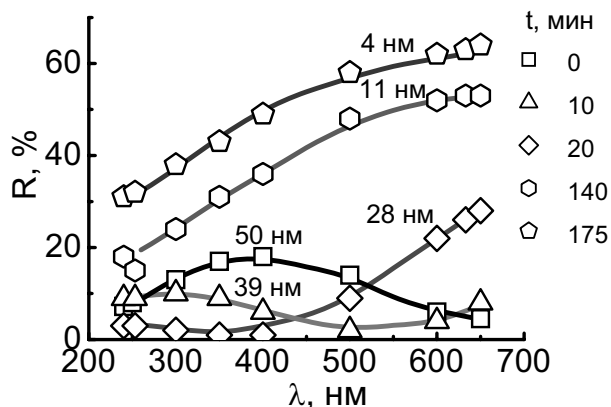


Рис. 1. Измеренные (символы) и подогнанные (кривые) спектральные коэффициенты отражения для образца №5 с параметрами времени процедуры очистки и толщины пленки. Показаны лишь 5 из 13 кривых.

интерпретации однослойной однородной пленки.

Компьютерная программа вычисляет коэффициент отражения $R_c(\lambda)$, принимая модель поглощающей пленки на металлической подложке [12]. При этом:

- 1) чтобы выполнить наилучшую подгонку, программа делает внутри внешнего цикла выбор типа пленки с оптическими константами из наших предыдущих измерений или из литературы;
- 2) в промежуточном цикле чередуются номера процедур чистки от №1 до №13;
- 3) параметром внутреннего цикла служит толщина пленки d_f , растущая от нуля с шагом 1 нм и при каждом d_f рассчитывается коэффициент отражения $R_c(\lambda)$. С целью сближения экспериментальных $R_m(\lambda)$ и расчетных $R_c(\lambda)$ зависимостей, на каждом шаге цикла сравниваются относительные отклонения расчетных от измеренных данных, с использованием выражения $|R_c(\lambda) - R_m(\lambda)|/R_m(\lambda)$. Программа суммирует отклонения, полученные на каждой из 9 длин волн, где проводились измерения. Цикл продолжается до достижения минимальной суммы отклонений. Выполняется визуальный контроль качества приближения по форме и наклону кривых.

Этот метод достаточно чувствителен к относительным отклонениям $\geq 2-3\%$, так как для $R_m(\lambda)$ относительная ошибка измерений была $\leq 1,5\%$ во всем диапазоне проводимых измерений. Для выбранного образца тип пленки с оптическими константами принимается как окончательный выбор, когда он обеспечивает наилучшие подгонки $R_c(\lambda)$ к $R_m(\lambda)$ на максимальном количестве обследованных процедур чистки.

Программой подгонки толщина остаточного слоя на образце №3 (перед установкой внутри LHD) определена равной ~ 11 нм. Для этого случая наиболее подходящими оказались спектральные оптические константы углеродной пленки, осажденной в дуговом разряде (табл. VII в [13]).

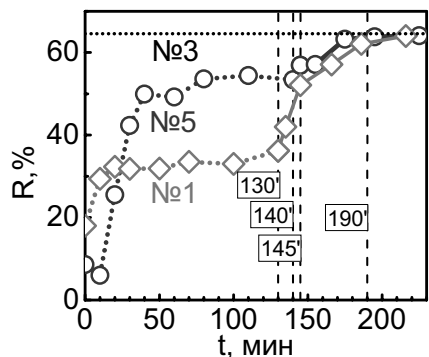


Рис. 2. Временной ход восстановления КО для образцов №1 и №5 ($\lambda=632,8$ нм, нормальное падение); горизонтальная линия сверху – коэффициент отражения полностью очищенного образца №3.

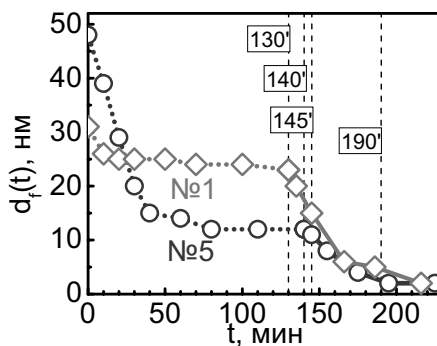


Рис. 3. Временной ход толщин пленок, рассчитанных по данным рис. 2.

$R_m(\lambda)$ образца №5 сразу после извлечения из LHD имеет первый интерференционный минимум $d_{\text{INTERF}} \sim 50$ нм (рис. 1), на длине волны $\lambda=650$ нм. Здесь величина d_{INTERF} примерно совпала с максимальной толщиной пленки (см. ниже). В общем случае, такое совпадение не всегда реализуется.

Оптические константы пленки на образце №5 непосредственно после экспонирования в LHD оказалось невозможно измерить из-за низкого КО ($R_m \sim 4\%$) при $\lambda=632,8$ нм, за счет интерференционного ослабления отраженного света.

Проведенные подгонки указали на то, что пленка не является однородной, т. е. содержит в себе слои, которые, в таком случае, оказалось трудно описывать оптическими константами, одними и теми же для всех слоев. Как первое приближение, оценка оптических констант и толщины пленки на этом образце были сделаны в

Для образцов №1, №5 граница этого нижнего субслоя обнаруживается (рис. 2) после, соответственно, ~ 20 мин и ~ 40 мин "мягкого" чистящего режима на стенде ДСМ-2, когда коэффициент отражения на всех длинах волн $R_m(t)$ приблизился к уровню "промежуточного насыщения". На рис. 2 показано поведение $R_m(t)$ при $\lambda=632,8$ нм. Это "насыщение" продолжалось для образца №1 от 20-й до 130-й минуты, а для образца №5 – от 40-й до 140-й минуты. Сплошные линии соответствуют

нижним субслоем, где при оценке толщины справедлива однослойная модель. Пунктирные линии соответствуют верхним субслоям, где однослойная модель применяется для грубой оценки толщин.

На основании зависимостей на рис. 2 можно предположить, что для образца №5 “промежуточное насыщение” означает окончание полного удаления мягкого углеродного слоя, осажденного внутри LHD. То есть, оставшийся более твердый слой был именно тем остатком, который появился благодаря промывке в ультразвуковой ванне с ацетоном, и он не мог быть удален ионами с энергией 10–15 эВ, приобретенной благодаря пристеночной разности потенциалов. Этот нижний углеродный слой (органическая пленка) был удален лишь “жестким” режимом с энергией ионов ~300 эВ со 140-й минуты, рис. 2. (Заметим, что эта пленка, возможно, могла бы быть эффективно удалена даже при меньшей энергии ионов. Это не проверялось).

Для образца №1 “мягкие” чистки проводились подобно образцу №5, но пленка оказалась прочнее, как следует из сравнения динамики роста КО в течение фазы “насыщения” для обоих образцов (рис. 2). Более высокая прочность пленки на образце №1 вызвана, вероятно, присутствием Fe и большей энергией ионов C^+ во время осаждения пленки. Как видно из графика $R_m(t)$ для этого образца, после фазы “промежуточного насыщения”, остается два слоя. Верхний из них исчез после “жесткой” очистки в течение 130-й–145-й минут. Это был остаток слоя, осажденного в LHD. Нижний слой начал исчезать со 145-й минуты. Он был похож на самый нижний слой на образце №5, но не идентичен ему. Это следует из сравнения поведения кривых коэффициента отражения для образцов №1 и №5, и из реконструированного временного хода толщины пленки (рис. 3). Оценка эффективности действия разряда на временной шкале условна, так как с момента включения “жесткой” чистки для каждого образца, с повышением энергии ионов изменяется также и темп удаления пленки.

На рис. 4 показаны спектральные зависимости КО всех образцов: для образца №3 перед установкой в LHD, а для образцов №1 и №5 – в момент очистки $t=145$ мин. Коэффициент отражения $R_m(\lambda)$ образца №1 ниже, а расчетная толщина пленки, сохранившейся после “промежуточного насыщения”, больше (~15 нм), чем начальная толщина на образце №3 перед размещением его в LHD, и больше чем толщина на образце №5 после “промежуточного насыщения” (~11 нм).

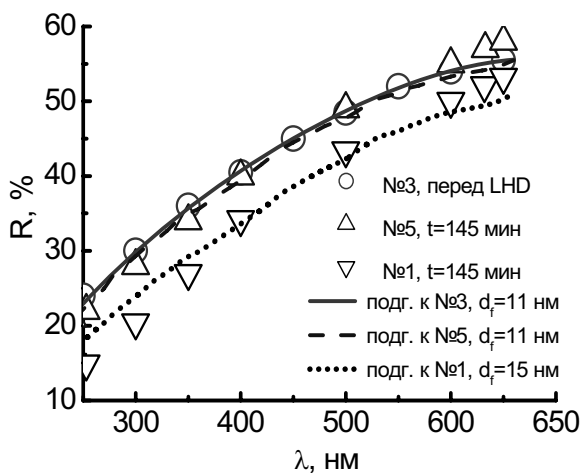


Рис. 4. Измеренный (символы) и расчетный (кривые) спектральный коэффициент отражения: для образцов №1 и №5 после 145 мин. процедуры очистки; для образца №3 – перед установкой образцов в LHD. После подгонки данных первоначального значения КО для образца №3 (непрерывная линия) были взяты те же $n_s(\lambda)$, $k_s(\lambda)$ нержавеющей стали и $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$ углеродной пленки для образцов №1 (точечная линия) и №5 (пунктирная линия).

При применении однослойной модели, с подобранными оптическими константами пленки, видно, что подгонки, например, для образца №5, на больших толщинах (>19 нм), становятся менее точными, чем на малых. Это заставило разбить всю пленку на 2 субслоя, что описано в конце данного раздела. Несмотря на то, что погрешности измерений $R_m(\lambda)$ малы, и коррекции к спектральным оптическим константам также малы, приемлемый вариант $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$ пленки для хорошей подгонки может оказаться не единственным. В этом случае, 1–2 найденных варианта могут быть использованы как предварительные данные, облегчающие анализ эллипсометрических данных.

Иногда бывает трудно достичь хорошей подгонки, воспользовавшись спектральными оптическими константами, измеренными ранее на стендах. Так, например, для подгонки непригодны пленки, которые прозрачны для длин волн, больших, чем середина видимого диапазона, табл. II, IV из [13].

Спектральные оптические константы, подобранные программой подгонки для этого остаточного субслоя, оказались различными для образцов №1 и №3. Поэтому можно констатировать, что осаждение загрязняющего верхнего субслоя на зеркало №1 в диверторной области LHD привело к значительной модификации свойств самого нижнего субслоя.

Полагая однородным этот остаточный субслой пленки, замечаем, что подгонка $R_c(\lambda)$ к $R_m(\lambda)$ для образца №1 при толщинах $d_f \leq 11$ нм имеет приемлемую точность, так как пренебрежимо малы отклонения $R_c(\lambda)$ от $R_m(\lambda)$. Для оценок оптических констант рассматриваемых субслоев мы считаем достаточным характеризовать каждый из них не функциями от толщины, а усредненными по толщине субслоя значениями n , k .

При толщинах пленки $d_f > 11$ нм точность подгонки становится менее приемлемой, так как отклонения подгонки уже заметно возрастают. Вероятная причина – изменение режимов работы установки в течение кампании, из-за чего у осажденной в LHD пленки оптические константы зависят от толщины.

В случае образца №5, вне интервала $d_f = 0 \div 11$ нм, для наилучшей подгонки оказались пригодны данные $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$ углеродной пленки толщиной 21 нм, осажденной на Мо зеркале в разряде с графитовыми электродами [14]. Полученная при этом оценка максимальной толщины пленки $d_{\max} \sim 50$ нм. Эти подгонки, без обращения к коррекции $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$, оказались близкими к $R_m(\lambda)$ лишь в интервале $d_f = 14 \div 0$ нм (40-225-я минуты очистки). На избранной толщине из диапазона $d_f = 11 \div 50$ нм, путем домножения $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$ на корректирующие полиномы, предпринято уменьшение относительных отклонений расчетных значений КО от измеренных. Полиномы задавали коррекцию на толщинах $d_f = 11 \div 28$ нм не более $12 \div 25$ %, а на толщинах $d_f = 39 \div 50$ нм – не более $25 \div 35$ %. Среди всевозможных коррекций предпочтительными оказались полиномы с наименьшим отклонением от единицы, что дало скорректированные оптические константы, (рис. 5).

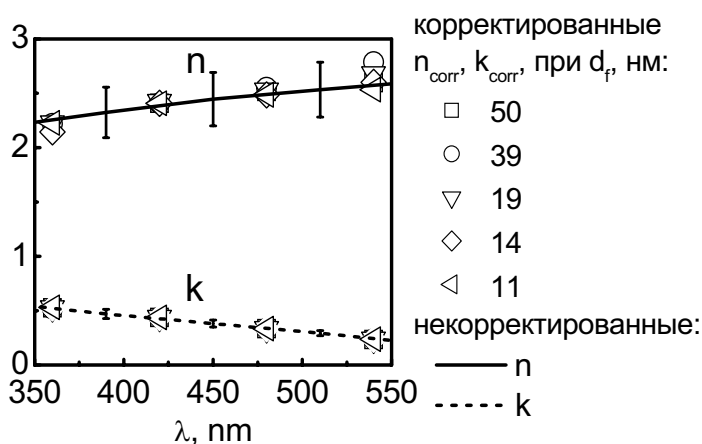


Рис. 5. Семейство скорректированных и нескорректированных спектральных оптических констант для образца №5. Показан коридор относительной ошибки $\pm 10\%$.

предположение о слоистой структуре пленки на образце №1. КО здесь рассчитывался с использованием модели двухслойной пленки [12, 15] на зеркале из нержавеющей стали. Предполагалось, что субслои внутри пленки строго параллельны поверхности зеркала, и в пределах каждого субслоя оптические константы постоянны и определяют значения коэффициентов Френеля по обе стороны от границы раздела. Из рис. 4 следует, что толщина остаточного слоя, оставшегося к моменту очистки $t=145$ мин на образце №1, около 15 нм. Разбив его на два субслоя: ~ 11 нм (нижний, ближний к зеркалу) и ~ 17 нм (верхний) и приняв уменьшение толщины пленки пропорциональным времени чистки, удалось подогнать $R_c(d_f)$ к $R_m(d_f)$ при $\lambda = 632,8$ нм. Для интерпретации нижнего субслоя подошли константы, найденные методом эллипсометрии. Для верхнего субслоя $n_f \approx 2,9$, $k_f \approx 0,1$ подобраны итерацией. В качестве нулевого приближения итерации были взяты константы нижнего субслоя, а затем проведено их изменение с шагом 0,1. Здесь учтено, что d_{INTERF} сильно уменьшается при увеличении n_f и слабо – при уменьшении k_f .

Для нижнего субслоя образца №5 при $d_f \leq 11$ нм были взяты константы, найденные подгонкой, описанной в начале данного раздела для образца №3 с остаточной пленкой: $n_f \approx 2,45$, $k_f \approx 0,74$. Для “мягкого” верхнего субслоя, при $d_f > 11$ нм, проведение итерации в рамках двухслойной модели (подобно образцу №1) привело к значениям $n_f \approx 2,75$, $k_f \approx 0,44$.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОКРЫТИЙ НА СВОЙСТВА ЗЕРКАЛ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОСАЖДЕНИЯ УГЛЕРОДА В ЛАБОРАТОРНОМ СТЕНДЕ

Как показала практика работы с зеркалами, экспонированными в LHD, необходимо разработать процедуры и программы, позволяющие выявлять ход оптических констант пленки на зеркале вдоль ее толщины.

Осаждение углеродной пленки на зеркало из Мо и стекло-свидетель проводилось на лабораторном стенде в Киевском Национальном Университете. Образцы размещались на расстоянии ~ 20 см от плазмы стационарного дугового разряда (ток до 100 А), создаваемой между 2 графитовыми электродами в вакууме ($\leq 10^{-5}$ Торр). Толщина пленки ~ 30 нм определена из длительности осаждения на основании полученной ранее зависимости толщины от времени. В соответствии с классификацией, данной в [16], в таких пленках преобладают sp^2 -связи. Пленка была отнесена к аморфному углероду (a-C), что подтверждается ее электронограммой, имеющей малое количество широких колец (гало), свидетельствующей об отсутствии кристаллографического порядка.

Для получения стекла-свидетеля, собирающего тот же самый осадок, что и Мо зеркало, вблизи зеркала помещалась пластина хорошо отполированного плоского стекла толщиной 1,5 мм, $n=1,51$, $k=0$ при $\lambda=632,8$ нм. Среднеквадратичная величина неровностей его поверхности $\sigma \approx 2$ нм была близка к значению 1,8 нм для плоского стекла, приведенному в [17 т. 4 с. 24].

Более квалифицированное моделирование отражения зеркала №1 на всех толщинах пленки во время ее очистки провести труднее, чем для зеркала №5, необходимо использовать выражения из теории эффективной среды Максвелла–Гарнетта, например, из [7 с.106], так как структура пленки имеет включения Fe и неоднородна по толщине. Это требует дополнительной информации о структуре слоя, свойствах включений, которая отсутствует.

При помощи эллипсометрии на $\lambda=632,8$ нм были определены оптические константы неэкспонированной пленки на образце №1, в предположении однородности и изотропности пленки. Они равны $n_f=2,5$ и $k_f=0,33$ при оценке толщины пленки ~ 26 нм. Было проверено

Полупрозрачные темные пленки появились на зеркале и стеклянной пластине. Как установлено в экспериментах, оптические константы пленки на свидетеле и на зеркале из Мо одинаковы. Цель применения свидетеля – получение дополнительной информации для определения оптических констант пленки. Как наблюдалось прежде, с использованием сканирующего электронного микроскопа, пленки, осажденные в лабораторном стенде, имеют достаточную однородность состава и малую шероховатость поверхности, что позволяет проводить их изучение методами, использующими отражение света. После осаждения пленки было измерено отражение и пропускание стекла-свидетеля для нормального падения при $\lambda=632,8$ нм.

Зеркало из Мо, имеющее ориентацию кристаллографических плоскостей {111} на его поверхности, обладало высоким качеством полировки, среднеквадратичное значение шероховатости $\sigma \leq 5$ нм. Это незначительно влияет на зеркальный компонент отражения при нормальном падении. Как следует из формулы [18]:

$$R_s = R_0 \cdot e^{-(4\pi\sigma)^2/\lambda^2}, \quad (1)$$

из-за шероховатости поверхности зеркала, зеркальный компонент R_s при $\lambda=632,8$ нм уменьшается менее чем на 1 %, по сравнению с отражением R_0 совершенно гладкой поверхности того же самого материала. Оптические константы зеркала $n_s=3,48\pm 0,02$, $k_s=3,76\pm 0,01$ при $\lambda=632,8$ нм были определены с помощью эллипсометрии и оказались близки к опубликованным в [19] $n_s=3,54$, $k_s=3,82$, а также в [20] $n_s=3,43$, $k_s=3,63$.

Чтобы определить оптические константы пленки на Мо зеркале при разных толщинах в ходе ее удаления, этот образец подвергли последовательности (номера 1÷7) очищающих экспозиций (около 2–4 мин каждая) в дейтериевой плазме стенда ДСМ-2 в “мягком” режиме. Спектральный коэффициент отражения образца измерялся в диапазоне $\lambda=250\div 650$ нм вне установки ДСМ-2, перед началом экспозиций и после каждой экспозиции. Одновременно при помощи эллипсометра измерялись поляризационные углы Ψ_m и Δ_m ($\lambda=632,8$ нм) при углах падения $45^\circ\text{--}82^\circ$. Так как компонент диффузного рассеяния пренебрежимо мал, то ниже используется только когерентный зеркальный компонент отражения (зеркала или зеркала с пленкой) и пропускания (пленки на стекле) при нормальном падении света.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ “ГИБКИХ” ПОДГОНОК КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ ДЛЯ ОБРАЗЦА С/Мо. АНАЛИЗ КОНТУРНЫХ ДИАГРАММ КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ И КОЭФФИЦИЕНТА ПРОПУСКАНИЯ ОБРАЗЦА С/СТЕКЛО-СВИДЕТЕЛЬ

Толщины пленки в ходе очистки оценивались благодаря “гибким” подгонкам к измеренной спектральной зависимости $R_m(\lambda)$, с использованием метода наименьших квадратов. Для каждой толщины пленки рассчитывались коэффициенты абсолютного отклонения наклонов 9 отрезков $R_m(\lambda)$ в попарном сравнении с отрезками $R_c(\lambda)$, а также коэффициенты корреляции между $R_c(\lambda)$ и $R_m(\lambda)$. Отрезки соответствовали делению диапазона длин волн 10 значениями λ , на которых производились измерения. Наилучшие подгонки были выведены на базе измеренных ранее спектральных оптических констант углеродной пленки на зеркале из нержавеющей стали [1]. Эти спектральные константы при $\lambda=632,8$ нм (см. табл.) оказались близки к значениям, определенным ниже с помощью анализа отражения и пропускания при нормальном падении образца С/стекло-свидетель (далее С/стекло), а также из эллипсометрического анализа образца С/Мо.

При анализе отражения и пропускания при нормальном падении для образца С/стекло применялась модель тонкой однородной изотропной пленки на однородной изотропной подложке, а именно: а–С пленки на стеклянной пластине. Коэффициенты Френеля, формулы для отражения и пропускания двухслойной системы взяты из [15] и из [17 т. 1 с. 106]. Как следует из [17], небольшие локальные вариации толщины пластины приводят к усреднению отражения и пропускания, что и было учтено в программах.

Для определения оптических констант осадка на стекле использовалась идея контурных диаграмм (рис. 2 в [21]). Контурные диаграммы отражения R и пропускания T строились с параметром фиксированной толщины d_f , при $\lambda=632,8$ нм, в системе координат n_f , k_f , с целью пересечения этих контуров в точке наиболее вероятных значений n и k . Из рассмотрения исключались побочные значения n и k , не характерные для аналогичных углеродных пленок [13]. Далее были рассчитаны программно функции $n(d_f)$, $k(d_f)$, где $20 < d_f < 50$ нм.

Для того, чтобы выяснить влияние ошибок измерения R и T на расчетное значение толщины пленки на образце С/стекло, было исследовано более десятка вариантов данных в окрестности $R=31 \pm 2$ %, $T=32 \pm 2$ %. Для каждого из вариантов рассчитывались функции $n(d_f)$, $k(d_f)$. Функции $n(d_f)$, $k(d_f)$ образца С/стекло сравниваются ниже с аналогичными функциями неэкспонированного образца С/Мо с целью поиска толщины пленки.

АНАЛИЗ ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИХ ДАННЫХ ОБРАЗЦА С/Мо. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ УГЛЕРОДНОЙ ПЛЕНКИ КОМБИНИРОВАННЫМ МЕТОДОМ

Оптические константы углеродной пленки на образце С/Мо найдены при использовании модели однородной изотропной пленки на однородной изотропной подложке (металлическом зеркале). Для вычислений применялось основное уравнение эллипсометрии [22]. Константы n_f , k_f определялись с использованием

минимизации отклонений $F(n_f, k_f)$ измеренного поляризационного комплексного коэффициента ρ_i^m от расчетного ρ_i^c , при некоторой толщине пленки d_f . Здесь мы используем форму выражений, аналогичную приведенной в [23]:

$$F(n_f, k_f) = \sum_{i=1}^M \left| \rho_i^m - \rho_i^c(n_0, N_s, N_f, d_f, \varphi, \lambda) \right|^2, \quad (2)$$

$$\operatorname{tg}(\psi_m) \cdot e^{i\Delta_m} = \rho_i^m, \quad (3)$$

$$\operatorname{tg}(\psi_c) e^{i\Delta_c} = \rho_i^c(n_0, N_s, N_f, d_f, \varphi, \lambda), \quad (4)$$

где φ – угол падения; $\lambda=632,8$ нм – длина волны света; оптические константы: n_0 – воздуха, $N_s = n_s - ik_s$ – подложки, $N_f = n_f - ik_f$ – пленки. M – полное количество углов падения, при которых проводились измерения.

Минимум функционала $F(n_f, k_f)$ указывает на искомые n_f, k_f , которые находят программно алгоритмом итерации. Фиксированными параметрами служат N_s, Ψ_m, Δ_m и номер экспозиции (№ 1÷7). При этих параметрах, повторяя процедуру минимизации при разных d_f (в интервале 0÷50 нм), были рассчитаны семейства функций показателя преломления $n(d_f)$ и коэффициента экстинкции $k(d_f)$. Эти функции для образца С/Мо были вычислены как для неэкспонированной пленки, так и после экспозиций № 1÷7.

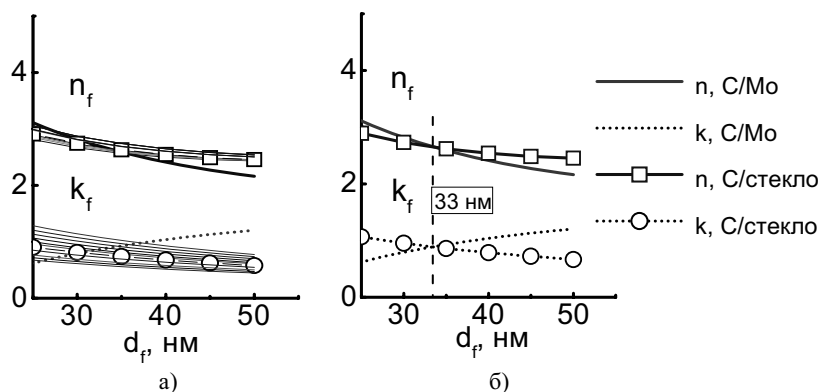


Рис. 6. Функции $n(d_f), k(d_f)$, определенные по данным эллипсометрии неэкспонированного образца С/Мо (линии) и из анализа контурных диаграмм R и T на образце С/стекло (линии с символами).

а) $n(d_f), k(d_f)$, рассчитанные для данных в окрестности измерений.
б) пересечение наиболее вероятных $n(d_f), k(d_f)$ указывает на толщину пленки.

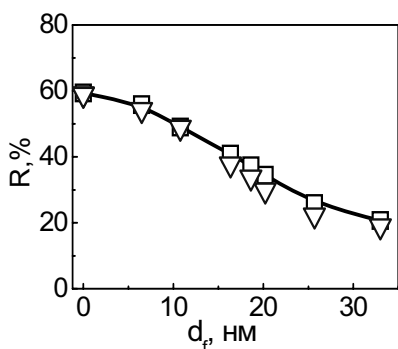


Рис. 7. Коэффициент отражения ($\lambda=632,8$ нм нормальное падение), рассчитанный по данным n_f, k_f эллипсометрии (квадраты) и измеренный (треугольники).

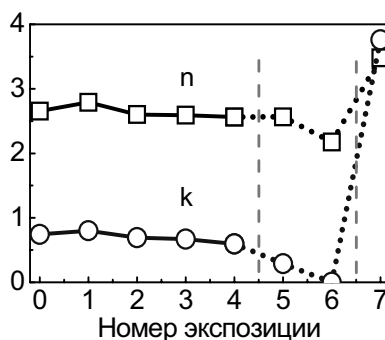


Рис. 8. Оптические константы n_f, k_f пленки на образце С/Мо, рассчитанные по данным эллипсометрии. Нулевой номер соответствует неэкспонированной пленке. №1÷4: практически постоянные n_f, k_f . №5, 6: непостоянные n_f, k_f . №7: оптические константы n_s, k_s чистого зеркала из Мо.

Неэкспонированные пленки на образцах С/Мо и С/стекло – одинаковой толщины. Поэтому толщину неэкспонированной пленки можно определить путем попарного сравнения функций $n(d_f)$ и $k(d_f)$ пленок С/Мо и С/стекло. Для образца С/стекло рассматривались все функции, соответствующие измеренным данным в окрестности $R=31 \pm 2\%$, $T=32 \pm 2\%$, рис. 6а. Исключались случаи, когда кривые преломления дают значение d_f , отличающееся от найденного по кривым экстинкции. В итоге, при $d_f=33$ нм получаем $n_f=2,68$, $k_f=0,87$ неэкспонированной пленки, рис. 6б.

Времена экспозиций были разными, при хорошо воспроизводимых параметрах мощности разряда и давления дейтерия. Расчетное изменение толщины пленки полагали пропорциональным времени соответствующей экспозиции.

Для каждой экспозиции методом минимизации функционала (2) найдены оптические константы n_f, k_f части пленки, оставшейся нераспыленной. Зависимости коэффициента отражения, измеренного $R_m(d_f)$ и рассчитанного из оптических констант $R_c(d_f)$, показаны на рис. 7. Зависимость n_f, k_f от номера экспозиции показана на рис. 8. Для расчета $R_c(d_f)$ использовались соответствующие константы как неэкспонированной пленки, так и пленки после экспозиций № 1÷7. $R_c(d_f)$ имеет максимальное абсо-

лютное отклонение $\sim 5\%$ от измеренного $R_m(d_f)$ и среднее абсолютное отклонение $\sim 2\%$.

Константы пленки, найденные из двух видов анализа (см. табл.), удовлетворительно совпадают. Эта пленка имеет слабую зависимость констант от толщины, что несколько напоминает пленку образца №5 из LHD.

Для повышения точности определения параметров системы пленка–металлическое зеркало, n и k слоев следует измерять с минимальным шагом по толщине.

Табл. Расчетная толщина и оптические константы n_f , k_f углеродной пленки (на образцах С/Мо и С/стекло) при $\lambda=632,8$ нм

Способ определения параметров неэкспонированной пленки	d_f	N_f	k_f
Пропорция по времени осаждения	~ 30	–	–
"Гибкая" подгонка (ближайшая возможная пленка)	~ 30	2,66	0,76
С/Мо (эллипсометрия) и С/стекло (анализ R и T)	33	2,65	0,89

ВОССТАНОВЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ ЗЕРКАЛА ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

Результаты эксперимента по очистке зеркала из нержавеющей стали от углеродной пленки с использованием водородной плазмы СВЧ-разряда были опубликованы в [1], однако без сколько-нибудь досконального их анализа. Между тем, применение вышеописанного подхода позволяет получить новую важную информацию о поведении пленки в процессе ее очистки.

Углеродная пленка осаждалась на зеркало из нержавеющей стали в лабораторном стенде при помощи дугового испарения материала графитовых электродов, описанного выше. Начальная толщина пленки, определенная с помощью эллипсометрии, составила ~ 21 нм. Очистка ее с поверхности зеркала осуществлялась в результате коротких "мягких" чисток по схеме, описанной выше. Временной ход восстановления отражательной способности, $R_m(t)$, для нормального падения при $\lambda=650$ нм приведен на рис. 9.

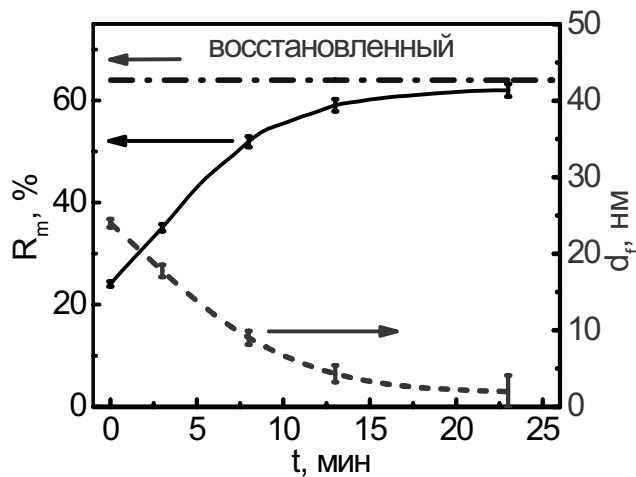


Рис. 9. Измеренный коэффициент отражения при $\lambda=632,8$ нм (непрерывная линия) и расчетная толщина пленки (пунктирная линия) во время очистки углеродной пленки. КО восстановленного зеркала показан горизонтальной линией.

Оптические константы зеркала и пленки были измерены методом эллипсометрии при $\lambda=650$ нм: $n_s=2,16$, $k_s=3,58$, $n_f=2,5$, $k_f=0,8$ для толщины $d_f \approx 11$ нм. Полученные оптические константы были приняты для расчетов в модели однослойной пленки на зеркале. Если предположить, что убывание d_f идет линейно со временем экспозиции, то расчетная зависимость коэффициента отражения $R_c(t)$ и измеренная зависимость $R_m(t)$ не совпадают. Было предпринято численное моделирование с совмещением подгонки с измеренным коэффициентом отражения. Временной ход $d_f(t)$ показан на рис. 9 пунктирной линией. Если принять величину относительной ошибки измерения R_m равной 2% , то выведенная из нее величина абсолютной ошибки расчетной толщины — не более $\pm(0,5 \div 2,0)$ нм. Зависимость $d_f(t)$ указывает на замедление скорости очистки со временем, по мере уменьшения толщины пленки. При этом следует отметить, что все основные параметры плазмы (вводимая СВЧ мощность, ток разряда, давление рабочего газа) оставались неизменными. Подобный замедляющийся ход кривой был получен и на зависимости $d_f(t)$ для образцов №1, №5, экспонированных в LHD, рис. 3.

Возможная причина такого замедления — изменение свойств пленки при химическом взаимодействии материала пленки с водородом непосредственно в процессе ее удаления, поскольку однократная процедура осаждения пленки на стенде должна была гарантировать ее однородность, в отличие от пленок на образцах №1 и №5, экспонировавшихся в LHD при различных режимах рабочих и тренировочных разрядов.

ВЫВОДЫ

- 1) Разработан метод анализа спектрального коэффициента отражения металлических зеркал с осажденными на поверхность зеркала пленками, с использованием программного подбора из базы данных спектральных оптических констант а-С и а-С:Н пленок.
- 2) Этот метод, скомбинированный с эллипсометрическим анализом, был применен к а-С пленкам, постепенно очищаемым с поверхности зеркала. Он позволяет учесть степень неоднородности оптических свойств пленок (n и k) в зависимости от их толщины.

3) Метод был успешно апробирован на нескольких образцах:

а) компьютерное прогнозирование типа пленки для двух образцов, экспонированных в LHD, позволило найти подходящие оптические константы. Наряду с временным ходом КО при фиксированной длине волны, этим методом удалось найти зависимость толщины пленки от времени чистки, а также оптические константы в зависимости от толщины пленки.

б) компьютерный анализ изготовленных в идентичных условиях образцов С/Мо и С/стекло, с использованием данных эллипсометрии, позволил найти оптические константы в зависимости от толщины пленки, подвергаемой постепенному удалению.

в) в процессе восстановления коэффициента отражения зеркала из нержавеющей стали при очистке его от углеродной пленки обнаружено существенное снижение скорости удаления пленки со временем, т. е. с уменьшением толщины пленки.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы благодарны коллегам из Киевского Национального Университета А.Ф. Бардаמיד и К.И. Якимову за помощь в подготовке образцов, а также Н.В. Винниченко за полезные советы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. V. Voitsenya, A. Costley, V. Bandourko, V. Bondarenko, Y. Hirooka et al. Diagnostic First Mirrors for Burning Plasma Experiments // Review of Scientific Instruments.–2001.–V.72.–№1.–P.475-482.
2. A.F. Bardamid, V.T. Gritsyna, V.G. Konovalov, et al. Ion energy distribution effects on degradation of optical properties of ion-bombarded copper mirrors // Surface and Coatings Technology.–1998.–V.103-104.–P.365-369.
3. С. Толанский Спектроскопия высокой разрешающей силы: пер. с англ.–М.: Иностран. Лит., 1955.–436 с.
4. A.I. Belyaeva, A.A. Galuza Optical constants of surface layer determined by ellipsometry // Physica B.–2001.–V.304.–P.333-338.
5. G. Hass, W.R. Hunter, R. Tousey Influence of purity, Substrate Temperature, and Aging Conditions on the Extreme Ultraviolet Reflectance of Evaporated Aluminum // J. Opt. Soc. Am.–1957.–V.47.–№12.–P.1070-1073.
6. S.-M. F. Nee, T. Cole Effects of depolarization of polarimetric components on null ellipsometry // Thin Solid Films.–1998.–V.313-314.–P.90-96.
7. D.E. Aspnes The Accurate Determination of Optical Properties by Ellipsometry.–P.89-112, In book: Handbook of Optical Constants of Solids, Edited by E.D. Palik.–Orlando etc.: Academic Press, 1985.–804 p.
8. T. Hino, Y. Nobuta, Y. Yamauchi et al. Analysis for surface probes of third experimental campaign in the Large Helical Device // J. Nucl. Mater.–2003.– V.313-316.–P.167-171.
9. V.S. Voitsenya, A. Sagara, A.F. Bardamid, A.I. Belyaeva, V.N. Bondarenko, A.D. Kudlenko, V.G. Konovalov, S.I. Solodovchenko Effect of exposure inside the LHD vessel on reflectance of stainless steel mirrors // Problems of Atomic Science and Technology, Series "Plasma Physics".–2002.–№5.–P.39-41.
10. V.N. Bondarenko The optical characteristics of the deposit on the SS mirrors having been exposed inside the LHD vacuum chamber // Proceedings of the 15-th International symposium: Thin films in optics and electronics engineering, Ukraine, Kharkov.–2003.–P.238-241.
11. V.S. Voitsenya, A. Sagara, A.I. Belyaeva, V.N. Bondarenko, A.D. Kudlenko, V.G. Konovalov, S.I. Solodovchenko Effect of exposure inside the LHD vessel on optical properties of stainless steel mirrors // Research Report NIFS Series.–2004.–Issue NIFS-801.–P.1-12.
12. М. Борн, Э. Вольф Основы оптики.–М.: Наука, 1973.–720 с.
13. S.A. Alterovitz, N. Savvides, F.W. Smith, John A. Woollam Amorphous Hydrogenated "Diamondlike" Carbon Films and Arc-Evaporated Carbon Films, In book: Handbook of Optical Constants of Solids II, Edited by E.D. Palik.–San Diego etc.: Academic Press, 1991.–1086 p.
14. V.N. Bondarenko, A.F. Bardamid, V.G. Konovalov, V.S. Voitsenya et al. Effect of thin contaminating coating on reflectance of metallic mirror placed inside the vacuum chamber of a fusion device // Problems of Atomic Science and Technology, Series "Plasma Physics".–2000.– №3.–P.64-66.
15. Л.М. Бреховских Волны в слоистых средах. Изд. 2-е, дополн. и перераб.–М.: Наука, 1973.–343 с.
16. J. Robertson Diamond-like amorphous carbon // Materials Science and Engineering R.–2002.–V.37.–P.129-281.
17. Физика тонких пленок, под общ. ред. Г. Хасса, Р.Э. Туна, пер. с англ.–М.: Мир, 1967.–Т.1.–343 с.; 1970.–Т.4.–439 с.
18. H.E. Bennett, J.O. Porteus Relation Between Surface Roughness and Specular Reflectance at Normal Incidence // J. Opt. Soc. Am.–1961.–V.51.–№2.–P.123-129.
19. B.W. Veal and A.P. Paulikas Optical properties of molybdenum. Experiment and Kramers-Kronig analysis // Phys. Rev. B.–1974.–V.10.–№4.–P.1280-1289.
20. М.М. Кириллова, Л.В. Номерованная, М.М. Носков Оптические свойства монокристалла молибдена // ЖЭТФ.–1971.–Т.60.–Вып.6.–С.2252-2259.
21. J.E. Nestell, Jr., R.W. Cristi Derivation of Optical Constants of Metals from Thin-Film Measurements at Oblique Incidence // Applied Optics.–1972.–V.11.–№3.–P.643-651.
22. А.В. Ржанов, К.К. Свитащев, А.И. Семенов, Л.В. Семенов, В.К. Соколов Основы эллипсометрии, Новосибирск: Наука, 1979.–422 с.
23. L.V. Poperenko, V.S. Voitsenya, M.V. Vinnichenko Ellipsometric probing of the metallic mirrors with modified surface // Proceedings of International Conference on Optical Diagnosis of Materials and Devices for Opto-, Micro-, and Quantum Electronics, published by SPIE–The International Society for Optical Engineering.–1997.–V.3359.–P.112-115.

**EXPERIMENTAL AND NUMERICAL STUDIES OF CARBON FILM EFFECT
ON THE OPTICAL PROPERTIES OF METALLIC MIRRORS**

**V.N. Bondarenko¹, A.I. Belyaeva², V.S. Voitsenya¹, A.A. Galuza², V.G. Konovalov¹,
D.I. Naidenkova¹, A.N. Shapoval¹, A.F. Shtan¹, S.I. Solodovchenko¹**

¹*National Science Centre "Kharkov Institute of Physics and Technology", Akademicheskaya st., 1,
Kharkov 61108, Ukraine*

²*National Technical University "Kharkov Polytechnical Institute", Frunze st., 21,
Kharkov 61002, Ukraine*

The transport of erosion material inside the fusion device vacuum chamber and its deposition onto surfaces being remote from confined plasma is one of reasons of the deterioration of in-vessel diagnostic mirrors. The main component in the deposit is carbon because graphite is used as a protection material of vessel walls and divertor plates. In order to study the effects associated with mirrors contamination, the model experiments were carried out with a-C films deposited on stainless steel mirrors in operating Large Helical Device (LHD), and Mo mirrors and glass plates in special stands. After mirrors had been extracted from devices, their reflection power values were gradually restored inside the stand in IPP NSC KIPT under the impact of deuterium plasma ions. The optical constants of films (n and k) at a wavelength of $\lambda=632.8$ nm and film thickness were determined by the methods of ellipsometry. The spectral reflectance of mirrors and glass plates with a-C film was measured at normal incidence. The dynamics of all parameters was obtained during the film removal. The satisfactory fittings to the measured reflectance of tested mirrors were found by a programmed selection from a database of $n(\lambda)$ and $k(\lambda)$ indices of carbon-based films.

KEY WORDS: in-vessel diagnostic mirrors, carbon-based films, restoration of optical characteristics, deuterium plasma, ellipsometry data of films