

В.В. БОБКОВ, Л.П. ТИЩЕНКО, Ю.І. КОВТУНЕНКО, Р.І. СТАРОВОЙТОВ,  
Ю.Є. ЛОГАЧОВ, О.Б. ЦАПЕНКО, Л.О. ГАМАЮНОВА

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна  
(Просп. Курчатова, 31, Харків 61108; e-mail: plip@karazin.ua)

## ІМПЛАНТАЦІЯ ІОНІВ ДЕЙТЕРІЮ ТА ГЕЛІЮ У КОМПОЗИЦІЙНУ СТРУКТУРУ З ВОЛЬФРАМОВИМ ПОКРИТТЯМ

УДК 539.12.04:

*Досліджено захоплення, утримання та термодесорбцію іонно-імплантованих дейтерію та гелію, утворення радіаційних пошкоджень кристалічної ґратки вольфрамових покриттів багатошарових функціональних структур, опромінених іонами  $D^+$  та  $He^+$  середніх енергій. Дослідження проведено за допомогою методів термодесорбційної спектроскопії та електронної мікроскопії. Поведінку дейтерію та гелію у матеріалах вивчали в залежності від температури постімплантаційного нагріву, дози опромінення іонами  $He^+$  та  $D^+$  і умов опромінення іонами: індивідуальне або послідовне. Запропоновано типи утворюваних радіаційних дефектів та механізми їх відпалу.*

*Ключові слова:* радіаційні дефекти, дейтерій, гелій, іонна імплантација, термодесорбція, вольфрамові покриття, композиційні матеріали.

### 1. Вступ

Процеси захоплення, утримання і виділення ізотопів водню та гелію, а також зміни у структурі приповерхневого шару матеріалів пристроїв сучасних установок термоядерного синтезу, які спостерігаються при взаємодії плазми з їхньою поверхнею, становлять інтерес для створювачів термоядерних реакторів. Дослідження цих процесів у лабораторних умовах з використанням пучків іонів дейтерію та гелію дозволяє отримати параметри, які характеризують поведінку цих газів у твердому тілі, і вивчити утворювані радіаційні порушення. Вольфрам у вигляді вакуумно осадженого покриття багатошарових функціональних структур є одним із перспективних матеріалів, які контактують з плазмою, пристроїв тер-

моядерних установок [1, 2]. Він має низький коефіцієнт розпилення, підвищену термостійкість і, що особливо важливо, низький коефіцієнт захоплення ізотопів водню, а значить, вирізняється незначним накопиченням тритію. Дослідження [1–26] по вивченню накопичення і термодесорбції дейтерію та гелію у вакуум [1–4, 7, 8, 11], розподілу перелічених газів по глибині зразків [5, 6], а також утворення структурних порушень у поверхневих шарах [3, 4, 7–10, 12] виконані переважно у W фольгах, а не у вакуумно осаджених вольфрамових покриттях. При цьому більшість робіт проведено з індивідуальною імплантацією іонів  $D^+$  або  $He^+$  у W фольги [1, 3–12]. Лише невелика кількість робіт виконана з послідовною імплантацією цих іонів [8, 13–18]. Дослідження процесів, які супроводжують імплантацію іонів  $D^+$  або  $He^+$  у вакуумно осаджені вольфрамові покриття, і поведінки дейтерію та гелію у них, нечисленні [19–26], а результатів з послідовною імплантацією цих іонів у названі покриття в літерату-

© В.В. БОБКОВ, Л.П. ТИЩЕНКО,  
Ю.І. КОВТУНЕНКО, Р.І. СТАРОВОЙТОВ,  
Ю.Є. ЛОГАЧОВ, О.Б. ЦАПЕНКО,  
Л.О. ГАМАЮНОВА, 2020

рі не знайдено. Ця робота є продовженням досліджень [27–30] утворення та відпалу радіаційних дефектів, взаємодії власних і утворених дефектів матриці та імплантованих частинок іонного пучка, змін мікроструктури приповерхневого шару і морфології поверхні зразків, опромінених іонами ізотопів водню та гелію середніх енергій. Вивчалися процеси, що супроводжують імплантацію іонів  $D^+$  та  $He^+$  у вольфрамові покриття багатшарових функціональних структур, які пропонуються для використання у пристроях термоядерних установок. Досліджувалось утворення радіаційних пошкоджень кристалічної ґратки покриття, захоплення, утримання і термодесорбція іонно-імплантованих дейтерію та гелію у вакуум. Поведінку дейтерію та гелію в опромінених зразках вивчали в залежності від температури постімплантаційного нагріву, дози опромінення іонами  $He^+$  та  $D^+$  і умов опромінення іонами: індивідуальне або послідовне. Запропоновано можливі типи утворюваних радіаційних дефектів та механізми їх відпалу.

## 2. Методика досліджень

Досліджували вольфрамові покриття завтовшки 1 мкм, отримані методом магнетронного розпилення  $W$  мішені в атмосфері  $Ag$  при тиску 1,0 Па. Осаджень  $W$  здійснювали зі швидкістю 0,6 нм/с при температурі  $T = 600$  К на підкладку з неіржавіючої сталі завтовшки 0,5 мм з напиленням на неї проміжним шаром  $Ti$  завтовшки менш ніж 10 нм. Вольфрамові покриття мали полікристалічну структуру з середнім розміром зерна близько 60 нм. Зразки позначені як (н. ст.  $+W(\text{мкм})$ ). Товщина підкладки з неіржавіючої сталі в наших умовах експерименту визначалася необхідністю нагріву зразків до 1800 К із заданою швидкістю.

Проводили індивідуальне опромінення зразків при кімнатній температурі пучками іонів 20 кеВ  $He^+$  з густиною струму  $\sim 5$  мкА/см<sup>2</sup> в інтервалі доз  $1,0 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{He^+} \leq 35,5 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup> або пучками іонів 10 кеВ  $D^+$ , використовуючи 20 кеВ  $D_2^+$ , при густині струму  $\sim 5$  мкА/см<sup>2</sup> в інтервалі доз  $0,2 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{D^+} \leq 16,5 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup>. Для застосовуваних в роботі енергій іонів профілі розподілу по глибині атомів гелію та дейтерію, а також профілі розподілу по глибині радіаційних пошкоджень у

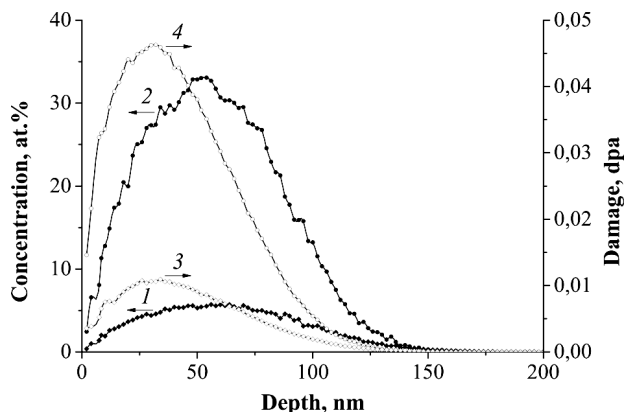
кристалічній решітці  $W$ , що утворилися при опроміненні іонами  $He^+$  та  $D^+$ , знаходилися на глибинах, значно менших за товщину  $W$  покриття.

Послідовне опромінення аналогічних зразків іонами  $He^+$  та  $D^+$  проводили в черговості: як ( $He^+ \rightarrow D^+$ ), так і ( $D^+ \rightarrow He^+$ ) в умовах зі збереженням тих же значень енергії іонів, густини струму пучків та температури зразків. Дози опромінення були в інтервалах для іонів  $He^+$   $1,03 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{He^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup> та для іонів  $D^+$   $0,15 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{D^+} \leq 4,6 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup>.

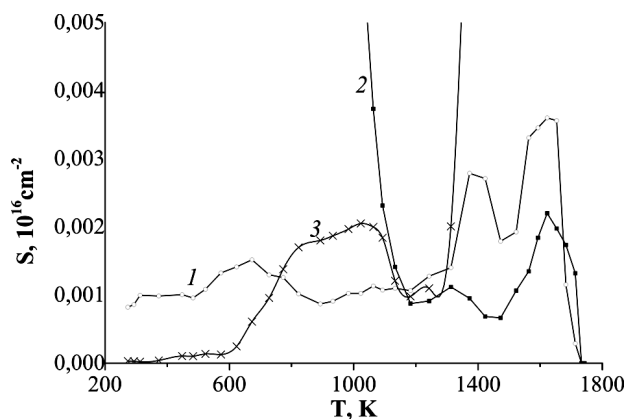
Перед проведенням опромінення досліджуваних зразків іонами іншого сорту в установці проводили тренування джерела іонів у залишковому вакуумі з вимірюванням на циліндрі Фарадея струму пучка іонів зі значеннями мас, відповідних як для іонів, використаних попередньо, так і запланованих в наступному експерименті. При початковому вакуумному тренуванні зразок в установці відсутній. Надалі в серії експериментів з набором дози опромінення іонів одного сорту при вакуумному тренуванні він перекривається екраном. Тренування тривало поки значення контрольованих струмів пучків іонів не досягало фонових значень. Після цього подається робочий газ у джерело іонів за допомогою системи напуску, встановлюються робочі параметри пучка іонів, і екран від зразка у вакуумній камері забирається. При заміні робочого газу одночасно з тренуванням джерела іонів проводили вакуумне тренування системи напуску газу з використанням мас-спектрометричного контролю складу залишкового газового середовища. Така методика підготовки установки дозволила в експериментах, описаних в даній роботі, виключити наявність у пучках дейтерію (гелію) домішок гелію (дейтерію).

Згідно з розрахунками за даними рис. 1, середній проєктивний та повний пробіги іонів  $D^+$  (10 кеВ) і  $He^+$  (20 кеВ) у вольфрамовому покритті мали значення близько 60 нм та 160 нм відповідно. Вони були значно меншими за товщину покриття. Профілі радіаційних пошкоджень у кристалічній ґратці  $W$ , створювані іонами  $D^+$  та  $He^+$ , ідентичні і знаходилися в імплантованій іонами зоні (див. криві 3 та 4 відповідно).

Для вивчення процесів накопичення гелію і дейтерію, іонно-імплантованих у композиційні структури з вольфрамовим покриттям, їх газовиділення у вакуум, а також утворення та відпалу вла-



**Рис. 1.** Профілі розподілу по глибині атомів: 1 – дейтерію; 2 – гелію. Профілі зміщень атомів матриці з вузлів ґратки: 3 – для іонів  $D^+$ ; 4 – для іонів  $He^+$ . (Розрахунок за програмою SRIM [31] для W, опроміненого іонами  $D^+$  (10 кеВ,  $4,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ,  $\eta_D = 0,1$ ) і  $He^+$  (20 кеВ,  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ,  $\eta_{He} = 0,8$ ))



**Рис. 2.** Залежності величини  $S$  для частинок з  $m = 4$  а.о.м. від температури нагріву зразків (н.ст. + W(мкм)): 1 – неопромінені; 2 – опромінені іонами  $D^+$  (10 кеВ,  $4,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ); 3 – опромінені іонами  $He^+$  (20 кеВ,  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ );  $\alpha = 0,8 \text{ К/с}$

сних і радіаційних дефектів матриці та їх взаємодії були використані методи термодесорбційної спектроскопії (ТДС), електронної мікроскопії на проходження і відбиття електронів. Методом ТДС за допомогою газового мас-спектрометра ПТИ-7А, каліброваного гелієвим натікачем ГЕЛИТ-1, та з використанням даних [32] по перерізу іонізації частинок гелію і дейтерію у джерелі даного мас-спектрометра отримували спектри термодесорбції гелію і дейтерію ( $m = 4$  а.о.м.). Також були

розраховані значення концентрації  $C$  та коефіцієнта захоплення  $\eta = C/\Phi$  імплантованих газів. Більш детальний опис методики експериментів міститься у [33].

Спектри термодесорбції атомів гелію і молекул дейтерію вивчали при нагріванні опроміненіх зразків із сталюю швидкістю  $\alpha = 0,8 \text{ К/с}$  у температурному інтервалі 290–1800 К. Нагрівання зразків проводили на Та стрічці з привареною до неї термопарою хромель–алюмель. Спектри являють собою залежності кількості  $S$  частинок імплантованого газу, виділеного при даній температурі нагрівання  $T$ , від значення цієї температури. Методична помилка визначення температури складала  $\pm 25 \text{ К}$ . Чутливість використаної методики для визначення кількості частинок гелію і дейтерію не гірша за  $2 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ . При нагріванні неопроміненіх зразків в температурному інтервалі 290–1800 К парціальний тиск гелію і дейтерію був меншим за  $1 \cdot 10^{-9} \text{ Па}$ .

У зв'язку з тим, що мас-спектрометричні вимірювання термодесорбції дейтерію та гелію проводили по вимірюванню інтенсивності струмів іонів  $D_2^+$  і  $He^+$ , що мають  $m = 4$  а.о.м., необхідно було встановити критерії, які дозволяють коректно інтерпретувати десорбцію кожного газу. Із кривою (1) рис. 2 видно, що фон частинок з  $m = 4$  а.о.м. не перевищував  $S = 0,001 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  при температурах  $T < 1200 \text{ К}$  і  $S < 0,005 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в температурному інтервалі  $\Delta T = 1600\text{--}1800 \text{ К}$ , де спостерігається випаровування компонентів зворотного боку підкладки з неіржавіючої сталі і незначне підвищення залишкового вакууму в камері. У спектрах термодесорбції гелію або дейтерію, імплантованих індивідуально із значеннями доз послідовних опромінь, наведених у таблиці, величина  $S$  при  $T < 1200 \text{ К}$  для гелію (3) не перевищує фоновому значення  $S$ , а для дейтерію (2) при  $T \geq 1200 \text{ К}$  величина  $S$  також не перевищує значення  $S$  для фону. Цей факт дозволяє припустити, що спектри термодесорбції гелію і дейтерію, іони яких імплантовані послідовно в різній черговості, при  $T < 1200 \text{ К}$  відображають виділення з вольфрамового покриття у вакуум  $D_2$ , а при  $T \geq 1200 \text{ К}$  – He.

Вивчення змін мікроструктури приповерхневого шару вольфрамового покриття, що вміщував імплантовані гелій або дейтерій, проводили на стоншених зразках за допомогою просвічуючого еле-

ктронного мікроскопа ЭВМ-100Л. Морфологію поверхні опромінених зразків контролювали на растровому електронному мікроскопі РЭМ-100У.

### 3. Експериментальні результати та обговорення

#### 3.1. Дослідження закономірностей накопичення та термодесорбції іонно-імплантованих дейтерію та гелію для вольфрамових покриттів композиційної структури

##### 3.1.1. Індивідуальне опромінення вольфрамових покриттів композиційної структури іонами дейтерію та гелію

При нагріванні досліджуваних зразків з імплантованим дейтерієм або гелієм спостерігається їх термічне виділення з вольфрамових покриттів у вакуум. Температурний інтервал  $\Delta T$  термічного виділення дейтерію та гелію і характер спектрів їхньої термічної десорбції залежать для даного матеріалу від типу імплантованих газів і дози опромінення іонами  $D^+$  та  $He^+$ .

Як видно з рис. 3, помітне виділення дейтерію з вольфрамового покриття починається при температурах  $T \geq 350$  К і закінчується при  $T \approx 1000$  К (криві 1–6) для зразків, опромінених при  $\Phi_{D^+} \leq 7,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ . Для зразків, опромінених при  $\Phi_{D^+} \geq 10,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , незначне виділення  $D_2$  має місце також у температурному інтервалі  $\Delta T = 1000\text{--}1580$  К (криві 7, 8). Максимум основного піку термодесорбції дейтерію встановлено при 640 К. Для двох найвищих доз опромінення додатково спостерігається пік з температурою в максимумі, близькою до 1400 К.

Як видно з рис. 4 (криві 1–4), температурний інтервал виділення гелію складає  $\Delta T \approx 900\text{--}1800$  К. Виділення гелію відбувається переважно у піку з  $T_{\text{max}} \approx 1500$  К. При  $\Phi_{He^+} \geq 4,7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  (криві 5–7) у спектрі термічної десорбції гелію, крім піка з  $T_{\text{max}} \approx 1500$  К, з'являється низькотемпературна область  $\Delta T \approx 350\text{--}900$  К виділення цього газу, яка накладається на область виходу  $D_2$ .

Закономірності накопичення гелію і дейтерію у вольфрамових покриттях композиційної структури в процесі іонного бомбардування зразків вивчали за залежностями концентрації  $C$  імплантова-

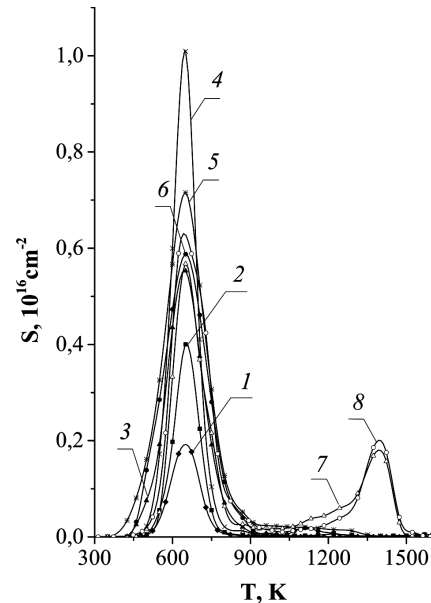


Рис. 3. Спектри термодесорбції дейтерію з вольфрамового покриття композиційної структури (н. ст. + W(мкм)), опроміненої іонами  $D^+$  до різних доз  $\Phi_{D^+}$ , що дорівнювали  $(1,0\text{--}16,5) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ : 1 – 1,0; 2 – 2,0; 3 – 3,0; 4 – 4,0; 5 – 5,0; 6 – 7,0; 7 – 10,0; 8 – 16,5; енергія іонів 10 кеВ;  $\alpha = 0,8 \text{ К/с}$

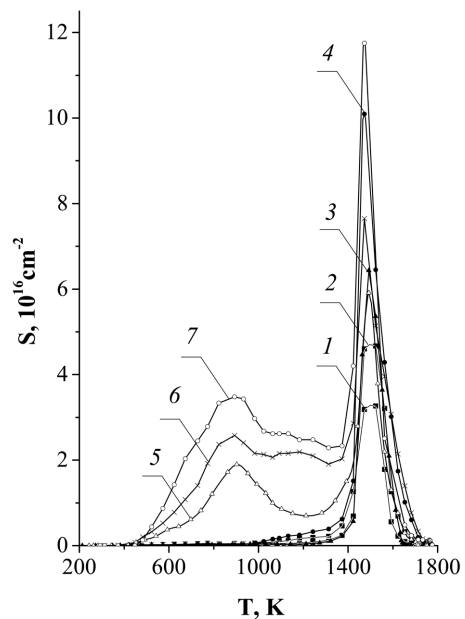


Рис. 4. Спектри термодесорбції гелію з вольфрамового покриття композиційної структури (н. ст. + W(мкм)), опроміненої іонами  $He^+$  до різних доз  $\Phi_{He^+}$ , що дорівнювали  $(1,0\text{--}35,5) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ : 1 – 1,0; 2 – 2,0; 3 – 3,1; 4 – 4,0; 5 – 4,7; 6 – 8,3; 7 – 35,5; енергія іонів 20 кеВ;  $\alpha = 0,8 \text{ К/с}$

**Параметри захоплення і термодесорбції  
дейтерію і гелію з W покриття композиційної системи н. ст. + W(мкм)**

Схема опромінення	$\Phi, 10^{17} \text{ см}^{-2}$		$C, 10^{17} \text{ см}^{-2}$		$\eta, \pm 10\%$		$\Delta T, \text{ K}$	$T_{\text{max}}, \text{ K}$			
	D <sup>+</sup>	He <sup>+</sup>	D	He	D	He					
He <sup>+</sup>		1,0		0,80		0,80	900–1750		1500		
He <sup>+</sup>		2,0		1,64		0,82	900–1750		1500		
He <sup>+</sup>		3,06		2,55		0,83	900–1750		1500		
He <sup>+</sup>		4,0		3,16		0,79	900–1750		1490		
He <sup>+</sup>		4,7		3,59		0,76	480–1750		1490		900
He <sup>+</sup>		6,1		4,36		0,71	450–1750		1500		900
He <sup>+</sup>		8,3		5,3		0,65	450–1750		1480		900
He <sup>+</sup>		10		6,0		0,60	450–1750		1490	1000	900
He <sup>+</sup>		16		6,72		0,42	350–1750		1480	1200	900
He <sup>+</sup>		35,5		6,96		0,2	350–1750		1500	1200	900
D <sup>+</sup>	0,2		0,026		0,13		380–960	640			
D <sup>+</sup>	1,0		0,12		0,12		380–960	640			
D <sup>+</sup>	2,0		0,25		0,13		380–960	640			
D <sup>+</sup>	2,5		0,32		0,13		380–960	640			
D <sup>+</sup>	3,0		0,394		0,13		380–960	640			
D <sup>+</sup>	4,0		0,476		0,12		380–960	640			
D <sup>+</sup>	5,0		0,5		0,10		350–1000	645			
D <sup>+</sup>	7,0		0,526		0,08		350–1000	645			
D <sup>+</sup>	10,0		0,62		0,06		300–1580	640	1400		
D <sup>+</sup>	16,5		0,7		0,04		300–1580	640	1380		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	2,0	1,03	0,24	0,85	0,12	0,83	380–1750	640	1480		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	2,0	2,0	0,24	1,68	0,12	0,84	370–1750	640	1480		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	2,0	3,03	0,26	2,35	0,13	0,78	370–1750	640	1520		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	2,0	4,0	0,24	3,12	0,12	0,78	370–1750	640	1520		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	2,0	1,03	0,24	0,84	0,12	0,82	380–1750	640	1480		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	2,0	2,0	0,26	1,58	0,13	0,79	370–1750	640	1480		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	2,0	3,0	0,24	2,43	0,12	0,81	370–1750	640	1520		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	2,0	4,0	0,26	3,05	0,13	0,76	370–1750	640	1520		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	0,15	2,0	0,019	1,68	0,13	0,84	380–1700	645	1500		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	0,8	2,0	0,1	1,64	0,13	0,84	380–1700	640	1500		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	2,0	2,0	0,24	1,68	0,12	0,84	370–1750	640	1480		
D <sup>+</sup> → He <sup>+</sup>	4,6	2,0	0,59	1,65	0,13	0,83	380–1760	640	1520		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	0,2	2,0	0,026	1,66	0,13	0,83	380–1700	645	1500		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	2,0	2,0	0,26	1,58	0,13	0,79	370–1750	640	1480		
He <sup>+</sup> → D <sup>+</sup>	3,4	2,0	0,424	1,62	0,13	0,81	380–1750	640	1520		

ного газу та його коефіцієнта захоплення  $\eta$  від дози опромінення  $\Phi$  іонами цього газу (таблиця).

Як видно з рис. 5 і таблиці, значення величин  $C$  і  $\eta$  для імплантованого гелію набага-

то більші за значення аналогічних величин для імплантованого дейтерію при однакових дозах опромінення. Із збільшенням дози опромінення для обох типів іонів виявлено збільшення  $C$  і

зменшення  $\eta$ . Залежність  $C_{\text{He}} = f(\Phi_{\text{He}^+})$  при  $\Phi_{\text{He}^+} \geq 1,5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  наближається до насичення, що пов'язано із збільшенням кількості виділеного імплантованого He із зразка в процесі іонного бомбардування. Згідно з [34–36], у випадку опромінення фольги з вольфраму іонами  $\text{He}^+$  та  $\text{D}^+$  середніх енергій дози опромінення, при яких досягається стан насичення, за звичай, не перевищують  $(0,4\text{--}1,5) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  для  $\text{He}^+$  [34, 35] і  $1,5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  для  $\text{D}^+$  [36]. Головною характерною рисою стану насичення металу є те, що при наближенні до нього в об'ємі шару, насиченого газом, прискорюються процеси утворення і росту газових бульбашок та згідно з роботою [35] починається інтенсивна зміна поверхневого шару металу внаслідок блістерінгу. В даній роботі через дрібнозернисту структуру W покриття можлива міграція гелію із газових бульбашок до поверхні по межах зерен. При цьому утворення блістерів є мало-вірогідним.

### 3.1.2. Послідовне опромінення вольфрамових покриттів композиційної структури іонами дейтерію та гелію

На рис. 6 наведено спектри термодесорбції дейтерію та гелію із вольфрамового покриття композиційної структури, опроміненого послідовно іонами  $\text{D}^+$  ( $3,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ) та  $\text{He}^+$  ( $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ) за схемами: ( $\text{He}^+ \rightarrow \text{D}^+$ ) – крива 1 і ( $\text{D}^+ \rightarrow \text{He}^+$ ) – крива 2. Для інших доз послідовного опромінення цими іонами характер спектрів термодесорбції дейтерію та гелію зберігається. Дози іонів  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$ , які використані у схемах послідовного опромінення, наведено у таблиці. Із співставлення рис. 3, рис. 4 та рис. 6 видно, що спектри термодесорбції дейтерію та гелію, іони яких імплантовані послідовно у різній черговості при дозах опромінення  $\Phi_{\text{D}^+} \leq 4,6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  та  $\Phi_{\text{He}^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , являють суперпозицію спектрів термодесорбції  $\text{D}_2$  і He, імплантованих з тими ж дозами окремо. Спостерігається збереження температурних інтервалів  $\Delta T$  виділення дейтерію та гелію;  $T_{\text{max}}$  піків їх термодесорбції мають ті ж самі значення, як для індивідуальних, так і для послідовних імплантацій іонів  $\text{D}^+$  та  $\text{He}^+$  (див. таблицю).

Як видно з рис. 7, 8, для різних схем опромінення іонами  $\text{He}^+$ ,  $\text{D}^+$  значення величин  $C_{\text{He}}$  і  $\eta_{\text{He}}$

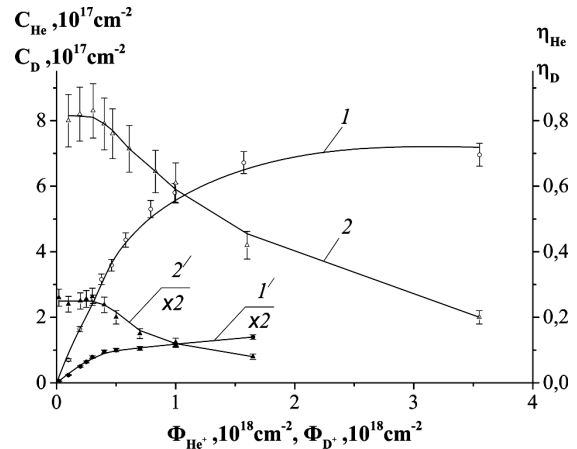


Рис. 5. Залежності: 1 –  $C_{\text{He}} = f(\Phi_{\text{He}^+})$ ; 1' –  $C_{\text{D}} = f(\Phi_{\text{D}^+})$ ; 2 –  $\eta_{\text{He}} = f(\Phi_{\text{He}^+})$ ; 2' –  $\eta_{\text{D}} = f(\Phi_{\text{D}^+})$  для гелію і дейтерію у вольфрамовому покритті композиційної структури (н. ст. + W(мкм)), опроміненому індивідуально іонами  $\text{He}^+$  (20 кеВ) або  $\text{D}^+$  (10 кеВ) до різних доз

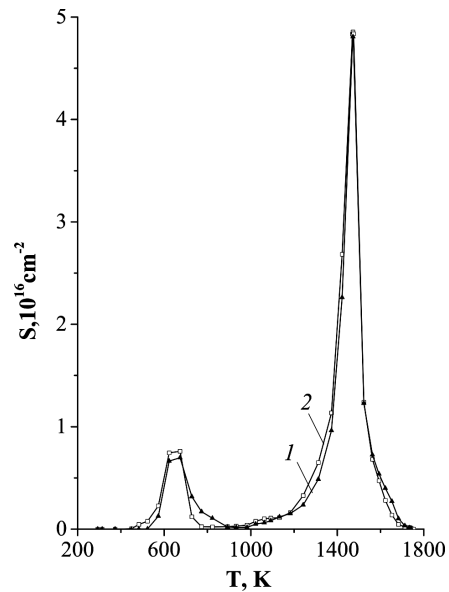


Рис. 6. Спектри термодесорбції дейтерію та гелію з вольфрамового покриття композиційної структури (н. ст. + W(мкм)), опроміненої послідовно за схемами: 1 – ( $\text{He}^+ \rightarrow \text{D}^+$ ); 2 – ( $\text{D}^+ \rightarrow \text{He}^+$ ). ( $\text{D}^+$  (10 кеВ,  $3,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ );  $\text{He}^+$  (20 кеВ,  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ );  $\alpha = 0,8 \text{ К/с}$ )

для імплантованого гелію набагато більші аналогічних значень величин  $C_{\text{D}}$  і  $\eta_{\text{D}}$  для імплантованого дейтерію.

Із аналізу отриманих результатів випливає, що попередня і наступна імплантація гелію до різних

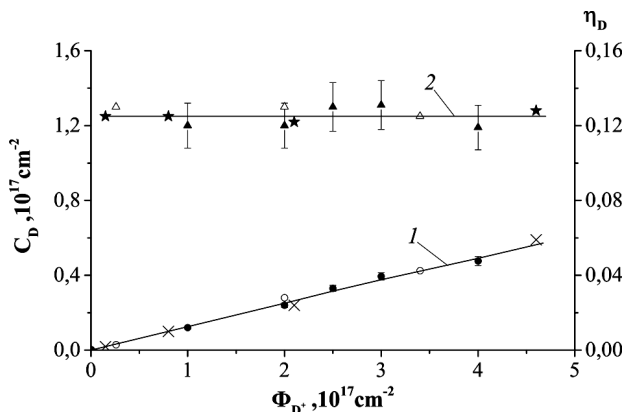


Рис. 7. Залежності: 1 – концентрації  $C_D$ ; 2 – коефіцієнта захоплення  $\eta_D$  дейтерію у вольфрамовому покритті композиційної структури (н. ст. + W(мкм)) від дози опромінення: іони  $D^+$  – ●, ▲; іони в послідовності ( $He^+ \rightarrow D^+$ ) – ○, △; іони в послідовності ( $D^+ \rightarrow He^+$ ) – ×, ☆;  $He^+$  (20 кеВ,  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ );  $D^+$  (10 кеВ)

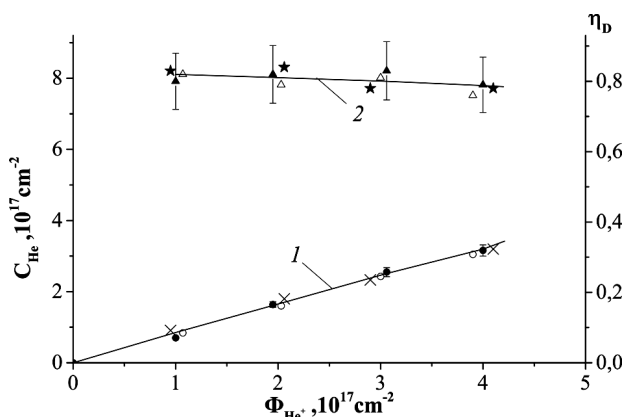


Рис. 8. Залежності: 1 – концентрації  $C_{He}$ ; 2 – коефіцієнта захоплення  $\eta_{He}$  дейтерію у вольфрамовому покритті композиційної структури (н. ст. + W(мкм)) від дози опромінення: іони  $He^+$  – ●, ▲; іони в послідовності ( $He^+ \rightarrow D^+$ ) – ○, △; іони в послідовності ( $D^+ \rightarrow He^+$ ) – ×, ☆;  $D^+$  (10 кеВ,  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ );  $He^+$  (20 кеВ)

доз в інтервалі  $\Phi_{He^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  не змінює значень величин  $C_D$  і  $\eta_D$  дейтерію (див. залежності  $C_D = f(\Phi_{He^+})$  (крива 1) і  $\eta_D = f(\Phi_{He^+})$  (крива 2) на рис. 9). Крім того, попередня і наступна імплантація дейтерію до різних доз в інтервалі  $\Phi_{D^+} \leq 4,6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  також не змінює значень величин  $C_{He}$  і  $\eta_{He}$  гелію (див. залежності  $C_{He} = f(\Phi_{D^+})$  (крива 1') і  $\eta_{He} = f(\Phi_{D^+})$  (крива 2') на рис. 9).

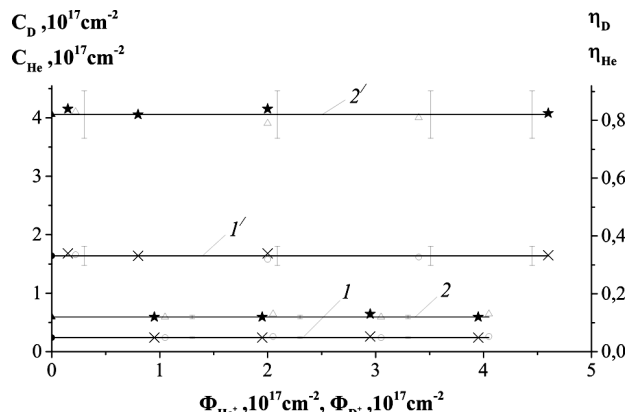


Рис. 9. Залежності: 1 –  $C_D = f(\Phi_{He^+})$ ; 1' –  $C_{He} = f(\Phi_{D^+})$ ; 2 –  $\eta_D = f(\Phi_{He^+})$ ; 2' –  $\eta_{He} = f(\Phi_{D^+})$  для дейтерію і гелію у вольфрамовому покритті композиційної структури (н. ст. + W(мкм)), опроміненої за схемами: іони  $D^+$  або  $He^+$  – ●, ▲; іони в послідовності ( $He^+ \rightarrow D^+$ ) – ○, △; іони в послідовності ( $D^+ \rightarrow He^+$ ) – ×, ☆. Криві 1, 2 при  $\Phi_{D^+} = 2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ; Криві 1', 2' при  $\Phi_{He^+} = 2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$

В роботах інших авторів [13, 14, 16] для масивної W фольги показано вплив попередньої імплантації іонів  $He^+$  на захоплення дейтерію, імплантованого за схемою ( $He^+ \rightarrow D^+$ ). Іони  $D^+$  (1–4) кеВ, імплантовані при дозах  $\Phi_{D^+} = (2-3) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  з попереднім опроміненням іонами  $He^+$  (8–10) кеВ при  $0,3 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{He^+} \leq 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , не змінюють накопичення [13] та збільшують його у 3 рази, коли доза іонів  $He^+$  досягає  $\Phi_{He^+} = 2,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  [14]. Автори пов'язують ці факти з захопленням частинок D в утворені радіаційні дефекти матриці в першому випадку [13] і впливом поля сильного напруження навколо окремих гелієвих бульбашок у другому [14]. Згідно з [16], при подальшому зростанні дози іонів  $He^+$  (3 кеВ) до значення  $\Phi_{He^+} = 1,0 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  відбувається зменшення захоплення дейтерію, що обумовлено впливом сітки утворених бульбашок гелію на накопичення дейтерію. Зменшення захоплення дейтерію автори [16] помітили також у послідовній імплантації ( $D^+ \rightarrow He^+$ ), коли  $\Phi_{D^+} = 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  і  $\Phi_{He^+} = 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , що викликано радіаційно-прискороною дифузиею слабо утримуваних атомів дейтерію до поверхні зразка з виділенням у вакуум при подальшому опроміненні іонами  $He^+$ . Певно, відмінності в утворенні гелієвих бульбашок у даних дослідженнях, що описано нижче, та в роботах [13, 14, 16], можуть пояснити характер накопичен-

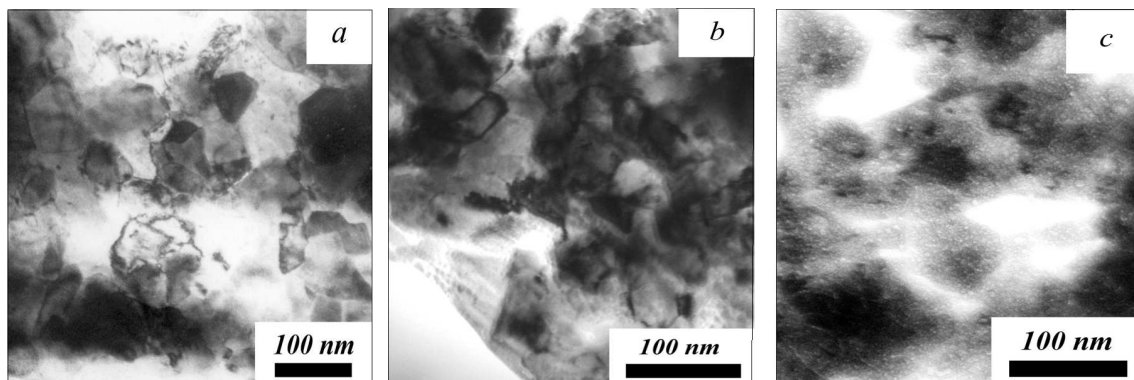


Рис. 10. Електронно-мікроскопічні знімки вольфрамового покриття композиції н. ст. + W(мкм): *a* – у вихідному стані; *b* – після опромінення іонами  $D^+$  (10 кеВ,  $6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ) та *c* –  $He^+$  (20 кеВ,  $7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ )

ня дейтерію при послідовній імплантації ( $He^+ \rightarrow D^+$ ) у вольфрамові покриття.

### 3.2. Електронно-мікроскопічні дослідження вольфрамового покриття композиційної структури, опроміненої іонами дейтерію та гелію

Методом електронної мікроскопії (ПЕМ) досліджували структуру вольфрамового покриття вихідних і опромінених іонами  $D^+$  або  $He^+$  зразків. У вихідному стані W покриття мають полікристалічну ОЦК-структуру.

Із рис. 10, *b* видно, що у зернах кристалічної структури вольфрамового покриття, опроміненого іонами  $D^+$  до  $\Phi_{D^+} = 6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , помітні у великій кількості чорні цяточки з середнім діаметром більш ніж 5 нм і густиною  $(3,2 \pm 0,3) \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Вони, певно, є дислокаційними петлями проникнення. В роботах [8,36] містяться результати по утворенню міжвузлових дислокаційних петель і дислокаційних сіток при  $T_0 = 300\text{--}350 \text{ К}$  в монокристалічному W, опроміненому іонами  $D_2^+$  з енергією 10 кеВ і  $\Phi_{D^+} = 2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  [36] та іонами  $H^+$  (10 кеВ,  $3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ ) [8]. Результати отримано методами каналювання МеВ іонів  $^4He^+$  вздовж  $\langle 111 \rangle$  W з детектуванням зворотно-розсіяних іонів  $^4He^+$  і ПЕМ дослідженнями. Згідно з роботами [9, 10], у яких виконано ПЕМ дослідження металургійного W (99,95 %) та надчистого W (99,995 %), опромінення іонами  $He^+$  (8 кеВ,  $1,0 \cdot 10^{14} \leq \Phi_{He^+} \leq 6,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ) при  $T_0 = 293 \text{ К}$  також призводить до утворення дислокаційних петель проникнення. Із збільшенням  $\Phi$  спостерігалось зростання середнього розміру петель до 5,0 нм, і їх густина дося-

гала значення  $3,5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Потім вони накопичувалися як заплутані дислокації. Очевидно, у даних дослідженнях можна припустити також утворення міжвузлових дислокаційних петель і дислокаційних сіток у вольфрамовому покритті композиції, опроміненої іонами  $He^+$ . На рис. 10, *c* через те, що режим фокусування електронів у ПЕМ експерименті був орієнтований на виявлення утворення бульбашок гелію у покритті, чорні цяточки не помітні.

У вольфрамовому покритті при кімнатній температурі після опромінення іонами  $He^+$  до доз  $\Phi_{He^+} \leq 4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  не спостерігали утворення гелієвих бульбашок. Бульбашки гелію виявлені після опромінення іонами  $He^+$  до доз  $\Phi_{He^+} \geq 7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  і мали середній діаметр близько 2,5 нм і густину  $(5,0 \pm 0,5) \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$  при  $\Phi_{He^+} = 7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  (див. рис. 10, *c*). Утворення гелієвих бульбашок не змінює ОЦК-структуру кристалічної решітки W покриття. Згідно з роботами [9, 10], у зразках металургійного W (99,95 %) і надчистого W (99,995 %), опромінених 8 кеВ іонами  $He^+$  до  $\Phi_{He^+} \geq 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  при кімнатній температурі, були помітні бульбашки гелію з середнім діаметром близько 2,5 нм і густиною, значно більшою за густину дислокаційних петель ( $3,5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ ).

Після опромінення іонами  $D^+$  до максимальної дози, яка дорівнювала  $6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ , у вольфрамовому покритті при кімнатній температурі не знайдено бульбашок дейтерію з середнім діаметром, що перевищує 2,5 нм, і не виявлено зміни ОЦК-структури. Згідно з роботою [3], бульбашки дейтерію у вольфрамі утворюються внаслідок опромінення іонами  $D^+$  при дозах, більших  $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$ . Це



приблизно на два порядки вище, ніж дози опромінення іонами  $\text{He}^+$ .

Методом електронної мікроскопії (РЕМ) досліджена морфологія поверхні композиційних систем з вольфрамовим покриттям. Вивчали вихідні зразки, опромінені іонами  $\text{D}^+$  або  $\text{He}^+$  і відпалені до температури 1800 К, як вихідні, так і опромінені. Відпал зразків здійснювали зі швидкістю нагріву 0,8 К/с. Було виявлено, що морфологія поверхні зразків після опромінення іонами  $\text{D}^+$  до доз  $\Phi_{\text{D}^+} \leq 2,0 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  або  $\text{He}^+$  до доз  $\Phi_{\text{He}^+} \leq 5,0 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  при кімнатній температурі не змінюється. Утворення блістерів на поверхні зразків, опромінених іонами  $\text{D}^+$  або  $\text{He}^+$  і відпалених до температури 1800 К, не помічено. При  $T > 1600 \text{ К}$  спостерігали незначне погіршення дзеркальності (шорсткість) покриття, а після нагріву до  $T = 1800 \text{ К}$  спостерігали укрупнення зерен кристалічної решітки  $W$  покриття (рекристалізацію). Згідно з роботою [37], рекристалізація чистого вольфраму відбувається при  $T > 1700 \text{ К}$ . При цьому густина дислокацій і границь зерен зменшується. Розмір зерен зростає приблизно у 10 разів. В даній роботі рекристалізація виявляється при температурах, які вищі максимального виділення у вакуум гелію  $T > T_{\text{max}} \approx 1520 \text{ К}$  і дейтерію  $T > T_{\text{max}} \approx 1400 \text{ К}$ , і її вплив на спектри ТДС цих газів із вольфрамових покриттів незначний.

### **3.3. Дослідження радіаційних дефектів у вольфрамовому покритті композиційної структури, що виникають внаслідок імплантації іонів дейтерію та гелію**

В процесі бомбардування іонами  $\text{D}^+$  або  $\text{He}^+$  вольфрамових покриттів в них утворюються радіаційні дефекти різного типу: дефекти кристалічної ґратки матеріалу та домішкові у вигляді імплантованих частинок іонного пучка. Для визначення природи утворюваних радіаційних дефектів автори цієї статті і раніше в роботах [27, 28, 33, 38, 39] вивчали за допомогою спектрів термічної десорбції захоплювання, міграцію і виділення імплантованих частинок дейтерію та гелію із зразків у вакуум, визначали значення енергії активації термодесорбції  $E_a$  в основних піках у спектрах їх виділення. За електронно-мікроскопічними спостереженнями отримували відомості про дефекти структури (дислокації, скупчування дефектів, бульбашки імплантованих газів). Все це дозволяло: отримати

більш детальну інформацію щодо процесів утворення і відпалу радіаційних дефектів, включаючи їхню природу, механізми накопичення і перетворення у кристалічній ґратці, міграцію частинок газу до поверхні зразка та наступну десорбцію у вакуум; описати механізми утворення дислокаційних петель проникнення, накопичення радіаційних дефектів матриці та імплантованих частинок бомбардуючого пучка і їх взаємодії з утворенням газ-вакансійних комплексів; запропонувати механізми відпалу радіаційних порушень кристалічної ґратки: дисоціацію комплексів, міграцію дефектів до стоків всередині об'єму та до поверхні покриття, що приводило до утворення газових бульбашок і десорбції газів у вакуум відповідно тощо.

При послідовних імплантаціях в різній черговості іонів  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$  ( $\Phi_{\text{D}^+} \leq 4,6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  і  $\Phi_{\text{He}^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ) у вольфрамові покриття виявляється, що накопичення гелію (дейтерію) не залежить ані від попереднього, ані від наступного опромінення іонами дейтерію (гелію), а також, що спектри термодесорбції частинок  $\text{D}_2$  і  $\text{He}$  є суперпозицією спектрів термодесорбції дейтерію та гелію, імплантованих окремо. При цьому зберігаються температурні інтервали виділення у вакуум дейтерію та гелію, а також значення максимумів  $T_{\text{max}}$  піків їх термодесорбції. Інтенсивності піків термодесорбції  $\text{D}_2$  і  $\text{He}$  у вакуум також не залежать від схеми опромінення зразків іонами  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$ .

Виходячи з цих фактів, припущено, що у вольфрамових покриттях композиційної структури, опромінених іонами  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$ , як індивідуально, так і послідовно, типи утворених радіаційних порушень і механізми їх відпалу можуть бути однаковими. Припущено, що у вольфрамовому покритті при кімнатній температурі внаслідок опромінення іонами  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$  утворюються радіаційні дефекти вакансійного типу, які захоплюють дейтерій або гелій у газ-вакансійні комплекси:  $\text{D}_m\text{V}_n$  або  $\text{He}_m\text{V}_n$ , які переходять у газові бульбашки при збільшенні концентрації імплантованих газів (наприклад, утворення бульбашок гелію при дозах опромінення  $\Phi_{\text{He}^+} \geq 7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ). Крім того, при опроміненні іонами  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$  утворюються міжвузлові атоми решітки  $W$  і спостерігається їх радіаційно-стимульована міграція з утворенням скупчень і комплексів типу дислокаційних петель проникнення.

Очевидно, виділення дейтерію в основному піку ( $T_{\max} = 640$  К) з енергією активації термодесорбції  $E_a = 1,4$  еВ, згідно з розрахунками [40], обумовлено дисоціацією дейтерій-вакансійних комплексів, міграцією атомів дейтерію міжвузловинами до поверхні і подальшою десорбцією  $D_2$  у вакуум. Високотемпературний пік ( $T_{\max} \approx 1400$  К) термодесорбції дейтерію з W покриття, який спостерігається для доз опромінення  $\Phi_{D^+} \geq 8,0 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ , скоріш за все, пов'язаний з утворенням дейтерійових бульбашок при нагріванні і звільненням дейтерію з них. Бульбашки газу при таких значеннях  $\Phi_{D^+}$  формуються у металах звичайно при  $T > 0,4T_{\text{melt}}$ . Для W значення  $0,4T_{\text{melt}} = 1470$  К. Роботи [41, 42] також показали виділення дейтерію переважно в піку з  $T_{\max} \approx 630$  К, коли у W було імплантовано дейтерій при кімнатній температурі та  $\Phi_{D^+} \leq 1 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ . Автори цих робіт пов'язують природу піку із звільненням дейтерію при дисоціації дейтерій-вакансійних комплексів  $DV_n$ , де  $n = 4-10$ , міграцією атомів дейтерію міжвузловинами до поверхні з енергією міграції  $E_{D,i}^m \approx 0,39$  еВ і подальшою десорбцією  $D_2$  у вакуум. Із роботи [43] відомо, що у вольфрамі, опроміненому 8 кеВ  $H^+$  до дози  $\Phi_{H^+} = 1 \cdot 10^{18}$  см $^{-2}$ , при  $T_0 = 473$  К спостерігали утворення дислокаційних петель проникнення, а при  $T_0 \geq 873$  К – бульбашок водню. В роботі [44] показано, що у вольфрамі, опроміненому 3 кеВ  $D^+$  до дози  $\Phi_{D^+} = 4 \cdot 10^{18}$  см $^{-2}$ , спостерігали виділення дейтерію у піку з  $T_{\max} \approx 1400$  К, яке автори пояснювали переміщенням дислокацій внаслідок рекристалізації вольфраму при нагріванні. Згідно з роботою [37], рекристалізація вольфраму відбувається при  $T > 1700$  К. В даній роботі цей процес має місце на хвості термодесорбційного спектра і тому незначною мірою впливає на процес виділення дейтерію у вакуум.

Пік з  $T_{\max} \approx 1500$  К є основним у спектрі термодесорбції гелію при  $1,0 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{He^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ . Він також присутній при більших дозах опромінення  $\Phi_{He^+} \geq 4,7 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ , хоча на нього припадає не більше 30 % захопленого гелію. Пік має, згідно з розрахунками [40], значення енергії активації термодесорбції гелію  $E_a \approx 4,2$  еВ. У відповідності з [45], дифузія гелію у кристалічній решітці W за механізмом дисоціації гелій-вакансійного комплексу типу HeV, міграції атома гелію міжвузловинами до поверхні (енергія міграції  $E_{He,i}^m \approx 0,28$  еВ) з подальшою десорбцією

He у вакуум характеризується значенням енергії активації  $E_{HeV}^{\text{diss}} \approx 4,42$  еВ, яке близьке до значення  $E_a$ . Тому можна припустити, що пік термодесорбції He пов'язаний з міграцією до поверхні He по міжвузловинах після дисоціації гелій-вакансійних комплексів HeV. В роботі [46] показано, що у вольфрамі, опроміненому 60 кеВ  $He^+$  до дози  $\Phi_{He^+} = 2 \cdot 10^{13}$  см $^{-2}$ , спостерігали виділення гелію при  $T \approx 1500$  К, яке автори також пояснювали виділенням із моновакансій HeV. Проведені в даній роботі дослідження вольфрамових покриттів, опромінені іонами  $He^+$  при кімнатній температурі до доз  $\Phi_{He^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ , не виявили утворення гелієвих бульбашок. Навпаки, при дозах  $\Phi_{He^+} \geq 7 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$  дослідження вольфрамових покриттів, опромінені при кімнатній температурі іонами  $He^+$ , виявляють утворення гелієвих бульбашок. Дози опромінення іонами  $He^+$  в даній роботі узгоджуються з дозами  $\Phi_{He^+} = (2,0-8,0) \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$  в роботі [9], де у W фольгах при  $T_0 = 293$  К після опромінення іонами гелію з енергією 8 кеВ також утворювалися бульбашки гелію. Термодесорбція гелію з вольфрамового покриття у вакуум при  $T \leq 1400$  К (для  $\Phi_{He^+} \geq 4,7 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ ) пов'язана з виходом його з існуючих дефектів структури вольфрамового покриття після утворення бульбашок гелію.

Становлять інтерес проведення подальших досліджень утворення і відпалу радіаційних дефектів матриці, накопичення у ній частинок бомбардуючого пучка при більших, ніж використані в даній роботі, дозах послідовного опромінення вольфрамового покриття.

#### 4. Висновки

Для вольфрамового покриття композиційної структури (н. ст. + W (мкм)), опроміненої іонами  $D^+$  і  $He^+$  середніх енергій і підданих подальшому нагріву, досліджено процеси: накопичення частинок дейтерію і гелію, утворення і відпалу власних та радіаційних дефектів матриці; термічної десорбції іонно-імплантованих дейтерію та гелію із зразків у вакуум; зміни морфології їх поверхні. Опромінення іонами  $D^+$  і  $He^+$  проводили при кімнатній температурі при дозах  $\Phi_{D^+} \leq 4,0 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$  і  $\Phi_{He^+} \leq 4,7 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$  в послідовних схемах ( $He^+ \rightarrow D^+$ ) або ( $D^+ \rightarrow He^+$ ) і при дозах  $0,2 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{D^+} \leq 16,5 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ ,  $1,0 \cdot 10^{17} \leq \Phi_{He^+} \leq$

$\leq 35,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  при індивідуальному бомбардуванні іонами  $\text{D}^+$  або  $\text{He}^+$ .

Для окремих та послідовних імплантацій іонів  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$  у вольфрамові покриття встановлено загальні закономірності: дейтерій порівняно з гелієм накопичується у вольфрамовому покритті у меншій концентрації, а коефіцієнт захоплення його приблизно на порядок нижчий. Основне виділення із зразків у вакуум дейтерію порівняно з гелієм відбувається при більш низьких температурах.

При послідовних імплантаціях іонів  $\text{D}^+$  і  $\text{He}^+$  температурний інтервал виділення дейтерію та гелію і температура максимумів піків у спектрах їх термодесорбції мають ті ж самі значення, що і при поодиноким імплантаціях; накопичення дейтерію (гелію) не залежить від попереднього опромінення іонами  $\text{He}^+$  ( $\text{D}^+$ ).

Припущено утворення в об'ємі вольфрамових покриттів за всіма схемами опромінення таких типів радіаційних порушень: дефекти вакансійного типу, дислокаційні петлі проникнення, газ-вакансійні комплекси  $\text{He}_m\text{V}_n$  і  $\text{D}_m\text{V}_n$ . Розглянуті можливі механізми накопичення і термічного виділення дейтерію і гелію з вольфрамового покриття. Імплантований дейтерій, мабуть, захоплюється дефектами вакансійного типу. Із збільшенням температури постімплантаційного нагріву переважне виділення дейтерію пов'язано з дисоціацією дейтерій-вакансійних комплексів, міграцією його частинок до поверхні і десорбцією у вакуум. Для доз опромінення  $\Phi_{\text{D}^+} \geq 8,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  можливо утворення при нагріванні дейтерієвих бульбашок і звільнення дейтерію з них. Накопичення гелію у вольфрамовому покритті, очевидно, здійснюється захопленням у гелій-вакансійні комплекси з подальшим утворенням гелієвих бульбашок. Термодесорбція гелію, можливо, пов'язана з виходом його з гелій-вакансійних комплексів при їх дисоціації, а також з існуючих дефектів структури вольфрамового покриття після утворення бульбашок гелію.

1. R.A. Causey. Hydrogen isotope retention and recycling in fusion reactor plasma – facing components. *J. Nucl. Mater.* **300**, 91 (2002).
2. C.H. Skinner, A.A. Haasz, V.Kh. Alimov, N. Bekris, R.A. Causey, R.E.H. Clark, J.P. Coad, J.W. Davis, R.P. Doerner, M. Mayer, A. Pisarev. Recent advances on hydrogen retention in ITER's plasma-facing materials:

Beryllium, carbon, and tungsten. *Fusion Sci. Technology* **54**, 891 (2008).

3. F. Liu, Y. Zhang, W. Han, Zh. Shen, J. Yu, G. Lu, K. Zhu. Investigation of hydrogen behavior in tungsten exposed to high energy hydrogen plasma. *Nucl. Instrum. Meth. B.* **307**, 320 (2013).
4. W. Hu, F. Luo, Z. Shen, L. Guo, Zh. Zheng, Y. Wen, Y. Ren. Hydrogen bubble formation and evolution in tungsten under different hydrogen irradiation conditions. *Fusion Eng. Des.* **90**, 23 (2015).
5. Y. Furuta, I. Takagi, Sh. Kawamura, K. Yamamichi, M. Akiyoshi, T. Sasaki, T. Kobayashi. In situ deuterium observation in deuterium-implanted tungsten. *Nucl. Instrum. Meth. B.* **315**, 121 (2013).
6. T. Ahlgren, K. Heinola, K. Vortler, J. Keinonen. Simulation of irradiation induced deuterium trapping in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **427**, 152 (2012).
7. A. Debelle, P.-E. Lhuillier, M.-F. Barthe, T. Sauvage, P. Desgardin. Helium desorption in  $^3\text{He}$  implanted tungsten at low fluence and low energy. *Nucl. Instrum. Meth. B* **268**, 223 (2010).
8. I.I. Arkhipov, S.L. Kanashenko, V.M. Sharapov, R.Kh. Zavalutdinov, A.E. Gorodetsky. Deuterium trapping in ion-damaged tungsten single crystal. *J. Nucl. Mater.* **363–365**, 1168 (2007).
9. H. Iwakiri, K. Yasunaga, K. Morishita, N. Yoshida. Microstructure evolution in tungsten during low-energy helium ion irradiation. *J. Nucl. Mater.* **283–287**, 1134 (2000).
10. Y. Watanabe, H. Iwakiri, N. Yoshida, K. Morishita, A. Kohyama. Formation of interstitial loops in tungsten under helium ion irradiation: Rate theory modeling and experiment. *Nucl. Instrum. Meth. B* **255**, 32 (2007).
11. P. E. Lhuillier, A. Debelle, T. Belhabib, A.L. Thomann, P. Desgardin, T. Sauvage, M.F. Barthe, P. Brault, Y. Tessier. Helium desorption in  $^3\text{He}$  implanted tungsten at low energy. *J. Nucl. Mater.* **417**, 504 (2011).
12. O. El-Atwani, K. Hattar, J. A. Hinks, G. Greaves, S.S. Harilal, A. Hassanein. Helium bubble formation in ultrafine and nanocrystalline tungsten under different extreme conditions. *J. Nucl. Mater.* **458**, 216 (2015).
13. S. Nagata K. Takahiro. Effect of helium irradiation on trapping and thermal release of deuterium implanted in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **290–293**, 135 (2001).
14. H. Iwakiri, K. Morishita, N. Yoshida. Effects of helium bombardment on the deuterium behavior in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **307–311**, Part 1, 135 (2002).
15. S. Nagata, S. Yamamoto, K. Tokunaga, B. Tuschiya, K. Toh, T. Shikama. Hydrogen up-take in noble gas implanted W. *Nucl. Instrum. Meth. B* **242**, 535 (2006).
16. Y. Sakoi, M. Miyamoto, K. Ono, M. Sakamoto. Helium irradiation effects on deuterium retention in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **442**, Issue 1–3, S715 (2013).
17. F. Liu, Sh. Peng, H. Ren, Zh. Long, W. Han, J. Yu, Zh. Chen, K. Zhu. Effect of the displacement damage from argon ion irradiation on the synergistic effect of helium–hydrogen in tungsten. *Fusion Eng. Des.* **89**, 2516 (2014).

18. Y. Nobuta, Y. Hatano, M. Matsuyama, S. Abe, Y. Yamauchi, T. Hino. Helium irradiation effects on tritium retention and long-term tritium release properties in polycrystalline tungsten. *J. Nucl. Mater.* **463**, 993 (2015).
19. C. García-Rosales, P. Franzen, H. Plank, J. Roth, E. Gauthier. Re-emission and thermal desorption of deuterium from plasma sprayed tungsten coatings for application in ASDEX-upgrade. *J. Nucl. Mater.* **233–237**, Part 1, 803 (1996).
20. I. Bizyukov, K. Krieger, N. Azarenkov, S. Levchuk, Ch. Linsmeier. Formation of D inventories and structural modifications by deuterium bombardment of tungsten thin films. *J. Nucl. Mater.* **337–339**, 965 (2005).
21. J. Matějček, P. Chráska, J. Linke. J. Thermal spray coatings for fusion applications-review *J. Thermal Spray Technology* **16**, (1), 64 (2007).
22. А.В. Голубева, В.А. Курнаев, М. Майер, И. Рот. Захват дейтерия в плазменно-напыленный вольфрам. *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез* Вып. 2, 18 (2007).
23. G. De Temmerman, R.P. Doerner. Deuterium retention and release in tungsten co-deposited layers. *J. Nucl. Mater.* **389**, Issue 3, 479 (2009).
24. Y. Zhang, W. Wang, H. Ren, W. Han, F. Liu, J. Yu, Sh. Peng, K. Zhu. Hydrogen irradiation effect of W thin films prepared by magnetron sputtering deposition. *Nucl. Instrum. Meth. B* **307**, 357 (2013).
25. K. Katayama, K. Uehara, H. Date, S. Fukada, H. Watanabe. Temperature dependence of deuterium retention in tungsten deposits by deuterium ion irradiation. *J. Nucl. Mater.* **463**, 1033 (2015).
26. V.Kh. Alimov, J. Roth, W.M. Shu, D.A. Komarov, K. Isobe, T. Yamanishi. Deuterium trapping in tungsten deposition layers formed by deuterium plasma sputtering. *J. Nucl. Mater.* **399**, 225 (2010).
27. V.V. Bobkov, A.V. Onishchenko, O.V. Sobol, R.I. Starovoitov, Yu. I. Kovtunenکو, Yu. E. Logachev, L.P. Tishchenko. Ion-implanted deuterium accumulation in a deposited tungsten coating. *J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech.* **4**, 852 (2010).
28. V.V. Bobkov, L.P. Tishchenko, A.V. Onishchenko, E.N. Zubarev, R.I. Starovoitov, Yu.I. Kovtunenکو, Yu.E. Logachev L.A. Gamayunova. Implantation of helium and deuterium ions into tungsten-coated composite structures. *J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech.* **5**, 806 (2011).
29. V.V. Bobkov, L.P. Tishchenko, T.I. Peregon, Yu.I. Kovtunenکو. Hydrogen isotope retention and lattice damage in the constructive materials irradiated with  $H^+/D^+$  ions. *East Eur. J. Phys.* **3**, 47 (2016).
30. N.A. Azarenkov, V.V. Bobkov, L.P. Tishchenko, R.I. Starovoitov, Yu.I. Kovtunenکو, Yu.E. Logachev, L.A. Gamayunova. Sequential implantations of deuterium and helium ions into tungsten-coated composite structures. *Probl. Atom. Sci. Technology* **3**, No. 6, 73 (2016).
31. J.F. Ziegler, J.P. Biersack, M.D. Ziegler. *Ion Implantation Techniques: Lectures Given at the Ion Implantation School in Connection with Fourth International Conference on Ion Implantation: Equipment and Techniques* Berchtesgaden, Fed. Rep. of Germany, September 13–15 (Springer-Verlag, 1982).
32. Б.М. Смирнов. *Атомные столкновения и элементарные процессы в плазме* (Атомиздат, 1968).
33. Л.П. Тищенко, Т.И. Перегон, Ю.И. Ковтunenکو, В.В. Бобков, А.В. Онищенко, Р.И. Старовойтов. Исследование процессов захвата и газовой выделения ионно-имплантированного дейтерия из пленок вольфрама. *Изв. РАН. Сер. Физ.* **70**, 1197 (2006).
34. T. Hino, Y. Yamauchi, Y. Hirohata. Helium retention of plasma facing materials. *J. Nucl. Mater.* **266–269**, 538 (1999).
35. Zh. Fu, N. Yoshida, H. Iwakiri, Z. Xu. Thermal desorption and surface modification of  $He^+$  implanted into tungsten. *J. Nucl. Mater.* **329–333**, Part 1, 692 (2004).
36. S. Nagata, K. Takahiro, S. Horiike, S. Yamaguchi. Retention and release of deuterium implanted in W and Mo. *J. Nucl. Mater.* **266–269**, 1151 (1999).
37. A. Manhard, K. Schmid, M. Balden, W. Jacob. Influence of the microstructure on the deuterium retention in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **415**, S632 (2011).
38. V.V. Bobkov, R.I. Starovoitov, L.P. Tishchenko, E.N. Zubarev, Yu.I. Kovtunenکو, Yu.E. Logachev. The influence of deuterium and helium implanted ions on the structure of condensed tungsten coating. In: *Proceedings of the 20th International Conference on Ion-Surface Interactions, Zvenigorod, Russia, August 25–29* (2011), Vol. 2, p. 61.
39. V.V. Bobkov, R.I. Starovoitov, L.P. Tishchenko, Yu.I. Kovtunenکو, L.A. Gamayunova. Deuterium-ion implantation into composite structures with tungsten coatings. *J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech.* **8**, 853 (2014).
40. G. Carter. Thermal resolution of desorption energy spectra. *Vacuum* **12**, 245 (1962).
41. V.S. Fimov, Yu.M. Gasparyan, A.A. Pisarev. Investigation of a fine structure of deuterium thermal desorption spectra from tungsten, in *Proceedings of the 20th International Conference on Ion-Surface Interactions, Zvenigorod, Russia, August 25–29* (2011), Vol. 1, p. 306.
42. H. Eleveld, A. van Veen. Void growth and thermal desorption of deuterium from voids in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **212**, 1421 (1994).
43. R. Sakamoto, T. Muroga, N. Yoshida. Microstructural evolution induced by low energy hydrogen ion irradiation in tungsten. *J. Nucl. Mater.* **220**, 819 (1995).
44. S. O'hira, A. Steiner, H. Nakamura, R. Causey, M. Nishi, S. Willms. Tritium retention study of tungsten using various hydrogen isotope irradiation. *J. Nucl. Mater.* **258**, 990 (1998).
45. В.В. Кирсанов. *Дефекты в кристаллах и их моделирование на ЭВМ* (Наука, 1980).
46. A. Debelle, P.-E. Lhuillie, M.-F. Barthe, T. Sauvage, P. Desgardin. Helium desorption in  $3He$  implanted tungsten at low fluence and low energy. *Nucl. Instrum. Meth. B* **268**, 223 (2010).

Одержано 21.11.18

*V.V. Bobkov, L.P. Tishchenko,  
Yu.I. Kovtunencko, R.I. Starovoytov, Yu.E. Logachev,  
A.B. Tsapenko, L.A. Gamayunova*

IMPLANTATION OF DEUTERIUM  
AND HELIUM IONS INTO A TUNGSTEN-COATED  
COMPOSITE STRUCTURES

S u m m a r y

The capture, retention, and thermal desorption of deuterium and helium ions with medium energies implanted into tungsten-coated multilayer functional structures and the for-

mation of corresponding radiation-induced damages in the crystal lattice of the tungsten coatings of those structures have been studied making use of the thermal desorption spectroscopy and electron microscopy methods. The behavior of deuterium and helium in the examined materials and its dependence on the post-implantation heating temperature, the dose of irradiation with  $D^+$  and  $He^+$  ions, and the irradiation condition – separate (making use of ions of only one kind) or sequential (making use of ions of both kinds) – are analyzed. A classification of radiation-induced defects and mechanisms of their annealing are proposed.