

**НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
ІНСТИТУТ ЕЛЕКТРОФІЗИКИ І РАДІАЦІЙНИХ ТЕХНОЛОГІЙ**

**КОЛЕНОВ Іван Вікторович**

УДК 539.21, 533.924

**ФІЗИЧНІ ОСНОВИ ЕЛІПСОМЕТРИЧНОЇ ДІАГНОСТИКИ ЗМІН  
СТРУКТУРИ І ВЛАСТИВОСТЕЙ ПЕРСПЕКТИВНИХ МАТЕРІАЛІВ ЯДЕРНИХ  
УСТАНОВОК ПІД ВПЛИВОМ ОПРОМІНЕННЯ І  
ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ**

спеціальність 01.04.07 – фізика твердого тіла

**АВТОРЕФЕРАТ**

дисертації на здобуття наукового ступеня  
доктора фізико-математичних наук

Харків 2026

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана в Інституті електрофізики і радіаційних технологій НАН України

**Науковий консультант:** доктор фізико-математичних наук, професор **Галуза Олексій Анатолійович**,  
Інститут електрофізики і радіаційних технологій НАН України,  
провідний науковий співробітник.

**Офіційні опоненти:** доктор фізико-математичних наук, професор **Яновський Володимир Володимирович**,  
Інститут монокристалів НАН України,  
завідувач відділу теорії конденсованого стану речовини;  
доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник **Дубінко Володимир Іванович**,  
Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут», провідний науковий співробітник;  
доктор технічних наук, професор **Чугай Олег Миколайович**,  
Національний аерокосмічний університет «Харківський авіаційний інститут» МОН України, завідувач кафедри фізики.

Захист відбудеться 23 березня 2026 р. об 11:00 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.245.01 в Інституті електрофізики і радіаційних технологій НАН України за адресою: 61002, м. Харків, вул. Кирпичова, 2, головний корпус НТУ «ХП», ауд. 38.

З дисертацією можна ознайомитися в бібліотеці Інституту електрофізики і радіаційних технологій НАН України за адресою: 61002, м. Харків, вул. Гуданова, 13.

**Відгук на автореферат дисертації надсилати на адресу: 61002, м. Харків, вул. Чернишевського, 28, а/с 8812.**

Автореферат розісланий «\_\_\_» лютого 2026 р.

Вчений секретар  
спеціалізованої вченої ради Д 64.245.01,  
кандидат фізико-математичних наук



О.Г. Троценко

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** Розробка нових перспективних матеріалів, а також методів їхньої діагностики є одним із ключових напрямів розвитку сучасної та перспективної ядерної і термоядерної енергетики. Зазначені напрями є тісно взаємопов'язаними та спрямованими на розв'язання низки спільних науково-технічних проблем, зокрема продовження ресурсу експлуатації ядерних реакторів, підвищення їхнього коефіцієнта корисної дії, зменшення обсягів радіоактивних відходів та підвищення загального рівня безпеки експлуатації ядерних установок. Ефективне вирішення цих проблем потребує комплексного підходу як до розробки нових матеріалів, так і до вдосконалення методів їхньої діагностики на всіх етапах життєвого циклу ядерних систем.

Сучасні ядерні та термоядерні установки (наприклад, Міжнародний експериментальний термоядерний реактор ITER) являють собою складні багатокomпонентні комплекси, що включають активну зону, системи першого контуру, парогенератори, системи безпеки, вакуумну камеру, магнітну систему, бланкет, дивертор, кріостат та інші функціональні елементи. Матеріали, що використовуються в зазначених системах, повинні відповідати жорстким експлуатаційним вимогам, зокрема характеризуватися високою радіаційною стійкістю фізичних властивостей, корозійною стійкістю, високими механічними характеристиками, заданими сорбційними властивостями, а також необхідними тепло- та електропровідністями. Для підвищення функціональних характеристик матеріалів широко застосовуються складні методи термомеханічної та електрофізичної обробки, такі як радіальна ковка, методи інтенсивної пластичної деформації, термічна обробка, нанесення захисних покриттів, тощо.

Термомеханічні та електрофізичні обробки, а також умови експлуатації, зокрема радіаційне опромінення, насамперед впливають на поверхню та приповерхневі шари матеріалу. Саме в цих областях формуються максимальні градієнти температури, напружень і концентрації дефектів, що призводить до зміни структурного стану, фазового складу та функціональних властивостей. Поверхня як зона первинного енерговводу та взаємодії з зовнішнім середовищем визначає початкові стадії деградації та подальшу еволюцію об'ємних характеристик матеріалу. Тому, важливою науково-технічною задачею є дослідження широкого спектру впливів на структуру та фізичні властивості саме поверхні твердого тіла.

Для оцінки структурного стану та фізичних властивостей матеріалів у ядерній енергетиці застосовується комплекс експериментальних методів, кожен з яких надає інформацію про різні рівні структурної організації - від атомного до макроскопічного. До таких методів належать електронна мікроскопія (ТЕМ, SEM), рентгеноструктурний аналіз (XRD), наноіндентування та інші. Водночас більшість зазначених методів є руйнівними або призводять до часткового пошкодження поверхні зразків, а також потребують складної та трудомісткої підготовки. Крім того, існують суттєві обмеження щодо дослідження тонких приповерхневих шарів, оскільки, наприклад, рентгенівське випромінювання характеризується значною глибиною проникнення, що знижує чутливість методу

до шарів товщиною менше 100 нм. Додатковим обмежувальним фактором є висока вартість та складність експериментального обладнання.

У зв'язку з вище сказаним існує потреба в розробці та впровадженні прецизійних, відносно простих, неруйнівних методів діагностики поверхневих шарів. Особливе місце серед них посідає оптична еліпсометрія, фізичні основи якої дозволяють з надвисокою чутливістю фіксувати зміни стану поляризації світла при відбитті від поверхні твердого тіла. Висока чутливість еліпсометрії до стану поверхні відкриває унікальні можливості для детектування початкових стадій радіаційного пошкодження на нанорівні, аналізу еволюції оксидних та ерозійних шарів, що утворюються внаслідок взаємодії з плазмою або теплоносієм, моніторингу ефективності термомеханічного зміцнення без руйнування цілісності зразків, тощо. Однак, еліпсометрія є непрямим методом і для обробки експериментальних даних потребує побудови коректних моделей поверхні, що в рамках загальноприйнятих підходів не завжди є можливим. У зв'язку з чим існує ланка проблем з вирішенням зворотної задачі еліпсометрії для складних поверхонь твердого тіла.

Проте, можливості оптичної еліпсометрії обмежені рядом факторів, таких як прозорість, товщина покриттів, груба шорсткість, тощо. Дану проблему можна вирішити розширенням спектрального діапазону в довгохвильову область спектру. У зв'язку зі значним прогресом, досягнутим в освоєнні міліметрового (1-3 мм) і субміліметрового (0,1-1 мм) діапазонів радіохвиль, і великими можливостями застосування їх для дослідження властивостей речовин, стає перспективним розвиток методу радіохвильової еліпсометрії для розробки безконтактних, неруйнівних, чутливих методів контролю матеріалів та для інших задач науки і техніки. Відносно велика довжина хвилі дозволяє реалізовувати ідеальні модельні системи на міліметровому рівні, у тому числі шорстких поверхонь, що особливо важливо для вирішення зворотніх задач оптичної еліпсометрії. Отже, розвиток радіохвильової еліпсометрії не тільки розширює спектр матеріалів для дослідження даним методом, а й дозволяє проводити дослідження безпосередньо «оптичної» еліпсометрії.

Таким чином, робота присвячена вирішенню важливої **проблеми**, а саме створенню фізичних основ еліпсометричних і супутніх оптичних і квазіоптичних методів діагностики змін структури і властивостей широкого класу перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення і термомеханічних обробок.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Робота виконана в рамках НДР, в яких дисертант брав участь як виконавець: «Фазові перетворення в анізотропних системах з модульованим впорядкуванням параметрів порядку під впливом опромінювання» (2011-2015) № ДР 0111U002499 «Фазові перетворення в перспективних матеріалах ядерно-енергетичних установок та радіаційно-стійких матеріалах для електроніки» (2016-2020) № ДР 0116U001000, «Розвиток комплексу спектроскопічних методів діагностики радіаційно-стимульованих структурно-фазових перетворень в конструкційних матеріалах ядерної енергетики та удосконалення теоретичних моделей» (2017-2021) № ДР 0117U002138, та НДР, в якій брав участь як науковий керівник «Проведення експериментів з масштабного моделювання впливу локалізованих радіаційно-

індукованих дефектів поверхні на результати еліпсометрії та рефлектометрії». Обробка отриманих результатів та написання остаточного звіту (2022) № ДР 0121U111717.

**Мета та завдання дослідження.** Метою роботи є вирішення важливої наукової проблеми фізики твердого тіла, а саме створення фізичних основ еліпсометричної діагностики перетворень структури та властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення, термомеханічних та електрофізичних методів обробки. Для досягнення поставленої мети необхідно вирішити такі основні задачі:

- Розробити та реалізувати комплекс аналітичних методів, що включає терагерцеву рефлектометрію та еліпсометрію, для дослідження властивостей твердих тіл і експериментального моделювання складних поверхневих структур.
- Розробити програмно-апаратний комплекс для керування терагерцевими еліпсометром та рефлектометром із автоматизованим збором даних.
- Розробити алгоритмічне та програмне забезпечення для первинної обробки експериментальних даних терагерцевої еліпсометрії і рефлектометрії для дослідження параметрів поверхневих і приповерхневих структур твердих тіл.
- Ґрунтовно обрати перспективні матеріали ядерних установок та режими радіаційного, термомеханічного і електрофізичного впливу для дослідження змін їх структурних та фізичних властивостей.
- Ґрунтовно обрати матеріал та типи дефектів для експериментального квазіоптичного терагерцевого масштабного моделювання впливу поверхневих структур різного типу, характерних для радіаційно пошкоджених металів і сплавів, на результати рефлектометрії та еліпсометрії, а також розробити і виготовити відповідні зразки для проведення експериментів.
- Дослідити зміни структури та фізичних властивостей обраних матеріалів під впливом термомеханічної обробки, опромінення та електрофізичних впливів, а також оцінити результати масштабного моделювання впливу різних поверхневих структур на експериментальні дані еліпсометрії та рефлектометрії.
- Розробити фізико-математичні моделі поверхонь досліджуваних матеріалів та створити алгоритмічні й програмні підходи для обробки й фізично обґрунтованої інтерпретації отриманих експериментальних результатів.
- Узагальнити отримані теоретичні та експериментальні результати, встановити фізичні закономірності взаємозв'язок результатів еліпсометрії та рефлектометрії з структурою та фізичними властивостями ядерних матеріалів, підданих радіаційним, термомеханічним і електрофізичним впливам. Сформулювати науково обґрунтовані положення щодо застосування терагерцевої еліпсометричної діагностики для контролю та прогнозування стану матеріалів ядерних установок.

**Об'єкт дослідження.** Структура та властивості матеріалів ядерних установок, багаточастинкові системи, радіаційно-індуковані утворення на поверхні твердих тіл.

**Предмет дослідження.** Еволюція структури, властивостей матеріалів та багаточастинкових систем під впливом термомеханічних та електрофізичних впливів, методи еліпсометричної діагностики радіаційних та механіко-термічних перетворень.

**Методи дослідження.** Експериментальні методи дослідження: рівноканальне кутове пресування, квазігідроекструзія, іонне розпилення поверхні, скануюча електронна мікроскопія (JSM-6390LV) з енергодисперсійною рентгенівською спектроскопією, рентгеноструктурний аналіз, інтерферометрія (МП-4), поляризаційна мікроскопія, мікротвердометрія (ПМТ-3), багатокутова та спектральна еліпсометрія, спектральна рефлектометрія, терагерцева еліпсометрія та рефлектометрія.

Теоретичні методи дослідження: методи теоретичної фізики, обчислювальної математики та статистичної обробки експериментальних даних.

### **Новизна одержаних результатів.**

1. Вперше застосовано комплекс оптичних та терагерцевих методик для систематичного дослідження структури та властивостей матеріалів ядерних установок, підданих різноманітним радіаційним, термомеханічним та електрофізичним обробкам. Показано, що оптична еліпсометрія дає змогу ефективно досліджувати процеси розвитку радіаційно-індукованих перетворень на поверхнях матеріалів навіть на ранніх стадіях. Показано, що терагерцеві методи, зокрема еліпсометрія, можуть використовуватися як самостійні, так і доповнювати або верифікувати дані оптичної еліпсометрії.

2. Вперше доведено, що рекристалізація ITER-grade W (W-IG) призводить до стабілізації структури його поверхні і, як наслідок, оптичних характеристик, що дозволяє рекомендувати рекристалізований W (W-rc) у якості матеріалу перших дзеркал систем діагностики плазми ITER. Проведені комплексні дослідження радіаційних перетворень поверхні дозволили з'ясувати фізичні механізми її ерозії під впливом факторів ITER та побудувати моделі шорсткої поверхні. Вперше обґрунтовано модель існування двох типів шорсткості на поверхні W-IG та її модифікацію при рекристалізації.

3. Вперше показано, що різні фізичні принципи еліпсометрії та рефлектометрії обумовлюють їх різну чутливість до дефектів поверхні полікристалічних металів різних масштабів (мікро- та наношорсткості). Сформовано рекомендації щодо сумісного використання цих двох методів для дослідження матеріалів з різним типом шорсткості.

4. Встановлено вплив ступеня деформації при низькотемпературній квазігідроекструзії (КГЕ) на структуру та електромеханічні властивості сплаву CuCrZr. Показано, що застосування квазігідроекструзії призводить до формування вираженої анізотропної волокнистої структури матриці та включень вторинних фаз, орієнтованих уздовж напрямку екструзії, що зумовлює анізотропію фізико-механічних властивостей матеріалу. У діапазоні еквівалентних деформацій  $\varepsilon_e = 40-48\%$  виявлено різку зміну структурних характеристик, зокрема щільності включень вторинних фаз та параметра кристалічної ґратки, яка супроводжується стрибкоподібною зміною електромеханічних властивостей сплаву. Запропоновано і фізично обґрунтовано механізм, згідно якого зазначений ефект зумовлений інтенсифікацією процесів генерації дефектів кристалічної ґратки за низьких температур, що, у свою чергу, впливає на стабільність пересиченого твердого розчину. Показано, що застосування квазігідроекструзії забезпечує досягнення високих механічних характеристик сплаву CuCrZr за одночасного збереження високої електропровідності на рівні понад 80 % IACS, що підтверджує перспективність використання даного матеріалу для виготовлення конструкційних елементів ядерних установок.

5. Встановлено особливості впливу послідовного рівноканального кутового пресування (РККП) при температурі 300 К та квазігідроекструзії при температурах 300 К і 77 К на формування структури дисперсійно-зміцненого сплаву CuCrZr. Показано, що РККП призводить до змін у кінетиці розпаду пересиченого твердого розчину та формування анізотропії розподілу включень вторинних фаз. Це, своєю чергою, впливає на динамічні процеси перерозподілу легуючих елементів при термічному старінні і КГЕ. Встановлено, що зразки сплаву CuCrZr, піддані послідовному рівноканальному кутовому пресуванню та квазігідроекструзії при температурі 77 К, характеризуються найвищою радіаційною стійкістю до опромінення атомами перезарядки серед досліджених зразків, що підтверджує перспективність використання даного матеріалу в умовах термоядерних установок.

6. Введено та обґрунтовано поняття «локалізований дефект» поверхні. Побудовано та експериментально підтверджено нову модель поверхні твердого тіла, характерну для радіаційного, електрофізичного та хімічного впливів. Згідно моделі, поверхня представляє собою гладку матрицю сплаву з розподіленими на ній дефектами, характерний розмір яких порівняний з довжиною хвилі зондуючого опромінення, а відстань між ними значно перевищує її розмір. Ця модель дозволила вперше інтерпретувати аномальні кутові залежності еліпсометричних параметрів та усунути розбіжності в результатах, які отримуються при використанні еліпсометрії та рефлектометрії на поверхнях з локалізованими дефектами.

7. Створено автоматизований спектральний терагерцевий еліпсометр-рефлектометр на базі порожнистого діелектричного променевода, що дозволяє проводити дослідження структур в діапазоні довжин хвиль 0,1-3 мм і кутах падіння 30-80°.

8. Вперше показано, що відхилення від класичної поведінки кутових залежностей еліпсометричних параметрів викликані наявністю локалізованих дефектів або їх конгломератів з розмірами більше або порядку довжини хвилі зондуючого випромінювання. При цьому статистично однорідні дефектні шари (такі як шорсткість, перехідні шари тощо) ніколи не призводять до якісних відхилень від класичних кутових залежностей еліпсометричних параметрів.

9. Вперше показано високу ефективність багатокутової суб-терагерцевої еліпсометрії для діагностики покриттів, отриманих методом мікродугового оксидування (МДО). Субтерагерцевий діапазон обрано через довжину хвилі зондуючого випромінювання (2,14 мм), яка значно перевищує розміри шорсткості досліджуваних об'єктів. Це дозволило використовувати наближення ефективного середовища для моделювання шорсткостких та сильно неоднорідних покриттів. Показано, що стандартні багат шарові планарні моделі не дозволяють з достатньою точністю описати дані експериментальної еліпсометрії для досліджуваних зразків. Вперше розроблена кускова модель для аналізу результатів багатокутової еліпсометрії, яка є більш адекватною для опису поверхневих структур з градієнтом властивостей по поверхні зразка, ніж стандартні планарні моделі.

10. Вперше показано високу чутливість терагерцевої еліпсометрії як експрес-методу для дослідження експлуатаційних характеристик (пористості і вологості) гранульо-

ваного активованого вугілля, що використовується в системах очищення вентиляційного повітря атомних електростанцій від радіоактивних домішок. Розроблено оригінальні методи експерименту та аналізу еліпсометричних даних для дослідження гранульованих пористих зразків. Вперше запропоновано та фізично обґрунтовано модель ефективного середовища зі змінним фактором екранування  $q(\theta)$ , що дозволило врахувати анізотропію макроструктури зразка. Запропонований метод може використовуватись для дослідження властивостей широкого класу гранульованих пористих матеріалів.

### **Практична цінність одержаних результатів.**

- Розроблено комплекс оптичних і терагерцевих методів діагностики структури та властивостей матеріалів ядерної енергетики після радіаційних, термомеханічних та електрофізичних впливів.
- Показано, що W-гс характеризується підвищеною структурною стабільністю та більшою стійкістю до дії нейтронів і атомів перезарядження порівняно з W-IG. У зв'язку з цим, W-гс може бути рекомендований для виготовлення перших дзеркал діагностичних систем термоядерних установок.
- Встановлено, що проведення КГЕ сплаву CuCrZr після відпалу та гартування забезпечує поєднання високих механічних характеристик і електропровідності. Варіювання ступеня деформації під час КГЕ дозволяє цілеспрямовано формувати необхідний баланс механічних та електрофізичних властивостей. Послідовне застосування РККП після відпалу і гартування, подальше старіння та КГЕ сприяють більш однорідному розподілу вторинних фаз, підвищенню механічних властивостей і стійкості до розпилення атомами дейтерію.
- Запропонований експрес-метод контролю покриттів, отриманих методом МДО, може застосовуватися як для оптимізації технологічних режимів їх синтезу, так і для діагностики стану покриттів у процесі експлуатації.
- Розроблений неруйнівний експрес-метод одночасного визначення пористості та вмісту вологи у поверхневому шарі гранул активованого вугілля може бути використаний для планової атестації сорбційних елементів систем вентиляції АЕС.
- Створення терагерцевого комплексу методів розширює можливості неруйнівного контролю матеріалів та забезпечує верифікацію моделей поверхні твердих тіл для підвищення достовірності обробки експериментальних даних.

### **Особистий внесок претендента. Особисто Коленов І.В.:**

- Виконав аналіз наукових літературних джерел за тематикою дослідження; постановку завдання, а також аналіз основних теоретичних і експериментальних результатів здійснено спільно з науковим консультантом.
- Отримав основний обсяг експериментальних результатів; брав безпосередню участь в їх обробці та аналізі, виконанні теоретичних розрахунків і розробленні фізичних моделей на основі отриманих даних.
- Підготував більшість експериментальних зразків для досліджень; здійснив чисельну обробку та моделювання основної частини експериментальних результатів.
- Брав участь у розробленні та створенні терагерцевого еліпсометра-рефлектометра.

- Розробив апаратну та програмну частини системи автоматизації терагерцевого еліпсометра-рефлектометра; створив програмне забезпечення для обробки експериментальних даних.
- Частину експериментів та інтерпретацію їх результатів виконано у творчій співпраці зі співавторами відповідних публікацій.

**Апробація результатів дисертації.** Результати роботи доповідалися та обговорювалися на наступних конференціях:

International Conference-School on Plasma Physics and Controlled Fusion and The Adjoint Workshop “Nano- and micro-sized structures in plasmas” (Kharkiv, Ukraine, 2014); XII Международная конференция "Физические явления в твердых телах" (Харьков, Украина, 2015); 9th Int. Kharkov Symp. on Physics and Eng. of Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (Kharkov, Ukraine, 2016); 2017 IEEE First Ukraine Conf. on Electrical and Computer engineering (Kyiv, Ukraine, 2017); XIII Международная научная и техническая конференция "Проблемы современной ядерной энергетике" (Харьков, Украина, 2017); XIII Int. Scientific and Technical Conference “Problems of modern nuclear power” (Kharkiv, Ukraine, 2017); 2019 IEEE 2nd Ukraine Conference on Electrical and Computer Engineering (Lviv, Ukraine, 2019); XV міжнародна наукова конференція Харківського національного університету Повітряних сил імені Івана Кожедуба «Новітні технології для захисту повітряного простору» (Харків, Україна, 2019); «Створення та модернізація озброєння і військової техніки в сучасних умовах» Збірник XIX науково-технічної конференції (м. Чернігів, Україна, 2019); Тези доповідей XIV Міжнародної конференції "Фізичні явища в твердих тілах" (Харків, Україна, 2019); 2020 IEEE 10th International Kharkiv Symposium on Physics and Engineering of Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (MSMW) (Kharkiv, Ukraine, 2020); Multiscale Phenomena in Condensed Matter Online conference for young researchers (Kraków, Poland, 2021); 2021 IEEE 3rd Ukraine Conference on Electrical and Computer Engineering (UKRCON) (Ukraine, 2021); 6 Міжнародна конференція «Високочисті матеріали: отримання, застосування, властивості» (Харків, Україна, 2021); XIX international scientific conference electronics and applied physics APHYS (Kyiv, Ukraine, 2023).

**Публікації.** Всього за темою дисертації опубліковано 43 роботи, з них 23 статті в спеціалізованих фахових виданнях, серед яких 20 індексуються в наукометричній базі даних Scopus, 11 належать до квартиля Q3, 7 належать до квартиля Q1 та Q2, 9 статей у збірниках праць міжнародних конференцій та 11 тез доповідей міжнародних наукових конференцій.

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертація складається із вступу, огляду літературних джерел, 6 основних розділів, висновків та списку використаних джерел із 394 найменувань на 45 сторінках. Об'єм основного тексту складає 279 сторінок.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність роботи, поставлені мета та завдання досліджень, визначені наукова новизна і практична значимість отриманих результатів, наведені дані щодо апробації роботи.

В першому розділі представлено огляд сучасних матеріалів, перспективних для виготовлення компонентів термоядерних установок. Наведено результати досліджень радіаційної стійкості структури та властивостей різних марок вольфраму і сплаву CuCrZr. Розглянуто перспективні методи аналізу радіаційно-індукованих змін на поверхні металів і сплавів, зокрема за допомогою оптичної еліпсометрії. Також обговорено можливості перспективних методів діагностики матеріалів і покриттів із використанням як оптичної, так і терагерцової еліпсометрії, включно з покриттями, отриманими методом МДО, та активованим вугіллям, що застосовується в системах вентиляції атомних електростанцій.

На основі аналізу наведених літературних даних сформульовано постановку проблем та завдання досліджень.

Другий розділ присвячений дослідженню модифікації поверхневої структури та зміни оптичних властивостей двох типів вольфраму (W-IG і W-rc) під дією факторів, що відтворюють умови експлуатації в термоядерних установках, зокрема в ITER. Досліджено послідовний вплив нейтронного опромінення та атомів перезарядки (розпорощення). Комплексні дослідження радіаційно-індукованих змін поверхні, виконані методами оптичної еліпсометрії та рефлектометрії, дали змогу встановити фізичні механізми ерозійних процесів під впливом факторів ITER і створити моделі шорсткості поверхні.

Перший тип – W-IG – матеріал, модифікований з метою задоволення вимог конструкцій реактора, чистотою 99,99% та теоретичною щільністю 99,7%. Прут полікристалічного вольфраму піддавався куванню в радіальному напрямку (рис. 1, а) та відпалу протягом 1 години при 1000 °С для зняття механічних напружень, що виникли під час пластичної деформації. Внаслідок такої обробки зерна W витягнуті перпендикулярно до напрямку деформації (рис. 1, б). На рис. 1, в та г наведено схеми поверхні вздовж і поперек осі циліндра відповідно. Розмір зерен становить приблизно 1–3 мкм у ширину та до 5 мкм у довжину.

Другий тип вольфраму (W-rc) отримано рекристалізацією W-IG вольфраму шляхом відпалу при 2073 К 1 годину.

Пластини W-IG та W-rc розрізались на зразки розміром 10×10×2 мм<sup>3</sup>, піддавались поліруванню з обох сторін до класу шорсткості не нижче 12.

Для моделювання нейтронного опромінення в ITER зразки W-IG та W-rc оброблялись іонами W<sup>6+</sup> з енергією 20 МеВ до дози 3,0 зна. Максимум пошкодження знаходився

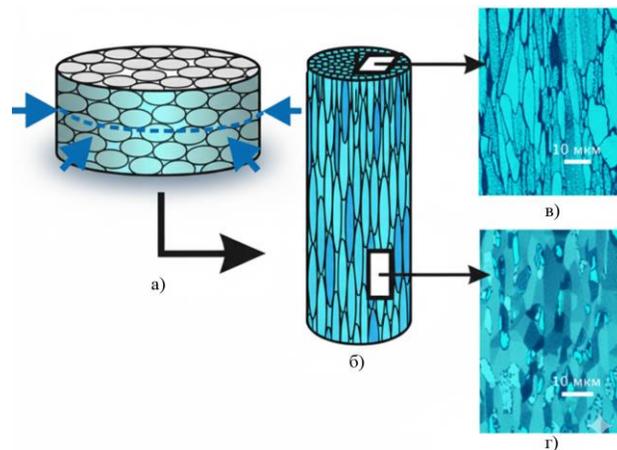


Рис. 1. Схема технологічного процесу та результуюча структура зерен вольфрамового прута: прут до а) та після б) кування в радіальному напрямку; структура зерен – перпендикулярно в) та паралельно г) осі прута

на глибині 1,35 мкм, середня глибина проникнення іонів W становила  $\approx 2,2$  мкм. Зворотній бік зразків не піддавався опроміненню іонами  $W^{6+}$  і використовувався як контрольний. Розпилення проводилось іонами Ag з енергією 600 eV, що імітують вплив атомів перезарядки. Розпилення з обох сторін проводилося у 7 етапів з накопиченням флюєнсів:  $F_1 = 2,3 \times 10^{18}$ ,  $F_2 = 5,65 \times 10^{18}$ ,  $F_3 = 1,2 \times 10^{19}$ ,  $F_4 = 2,9 \times 10^{19}$ ,  $F_5 = 4,4 \times 10^{19}$ ,  $F_6 = 5,2 \times 10^{19}$  та  $F_7 = 6,5 \times 10^{19}$  іон/м<sup>2</sup>.

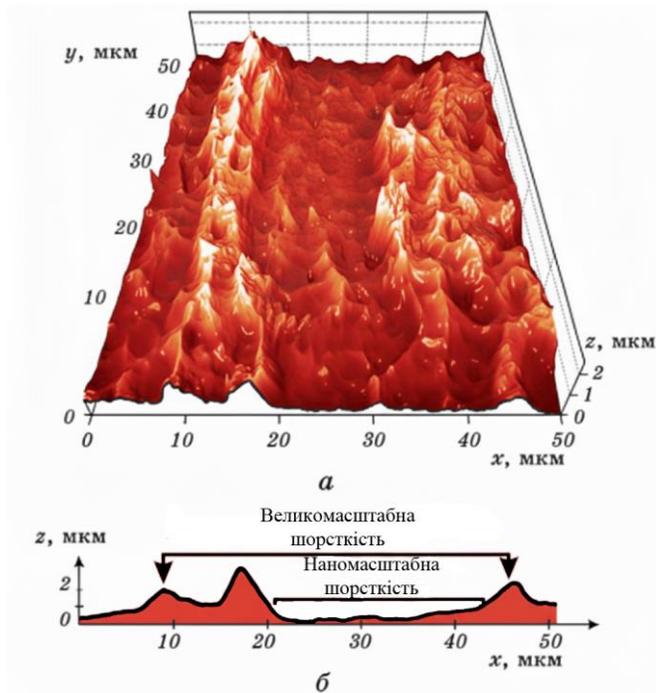


Рис. 2. Структура поверхні зразка W-IG після розпилення шару товщиною  $\approx 3,9$  мкм (дані АСМ) а) та її профіль б)

дослідження структури показало, що розміри мікроструктурних елементів вольфраму ( $\approx 5$  мкм у довжину та  $\approx 1-3$  мкм у ширину) не є визначальними для характеристики мікрорельєфу. Рельєф, що розвивається на поверхні W-IG під час розпилення, має значно більші лінійні розміри.

Слід також звернути увагу на те, що на рис. 3 переважають чорний та сірий кольори, тобто напрямки  $\{100\}$  та  $\{110\}$ , а білий (напрямок  $\{111\}$ ) практично відсутній. У цьому проявляється текстура, пов'язана з різною орієнтацією зерен полікристалічного вольфраму, що виникла внаслідок механічної обробки при створенні W-IG. Утворення переважних орієнтацій у процесі пластичної деформації тісно пов'язане як із характером напруженого та деформованого стану, так і зі змінами структури металу, що відбуваються під час обробки тиском.

На основі отриманих експериментальних результатів можна побудувати модель, засновану на відомих методах опису шорсткого шару, у рамках якої можна оцінити вплив попереднього опромінення іонами вольфраму на характеристики поверхні досліджених зразків. Так, наявність мікроскопічної шорсткості враховано в рамках моделі

Шорсткість, що виникла внаслідок розпилення, досліджено за допомогою атомної силової мікроскопії (АСМ, рис. 2). На профілі спостерігаються два типи шорсткості: дрібномасштабна ( $R_{Mz} \approx 100$  нм) та крупномасштабна ( $R_{Kz} \approx 2$  мкм). Для з'ясування природи появи цих двох типів шорсткості проведено додаткові дослідження CLSM та EBSD.

Переважні кристалографічні напрямки рельєфу добре помітні на рис. 3. Можна зробити висновок: якщо відхилення орієнтації зерен полікристалічного W-IG від даного кристалографічного напрямку не перевищує  $\pm 9^\circ$ , то коефіцієнт їх розпилення буде таким, як для зерен, точно орієнтованих уздовж цієї осі. Кожна група зерен (конгломерат) позначена на рис. 3 а певним кольором. Дрібномасштабна шорсткість спостерігається всередині конгломерату.

Таким чином, експериментальне дос-

ефективного середовища Бруггемана, коли шорсткий шар замінюється ефективною однорідною плівкою, що представляє собою суміш матеріалу підкладки та навколишнього середовища (повітря - порожнеча).

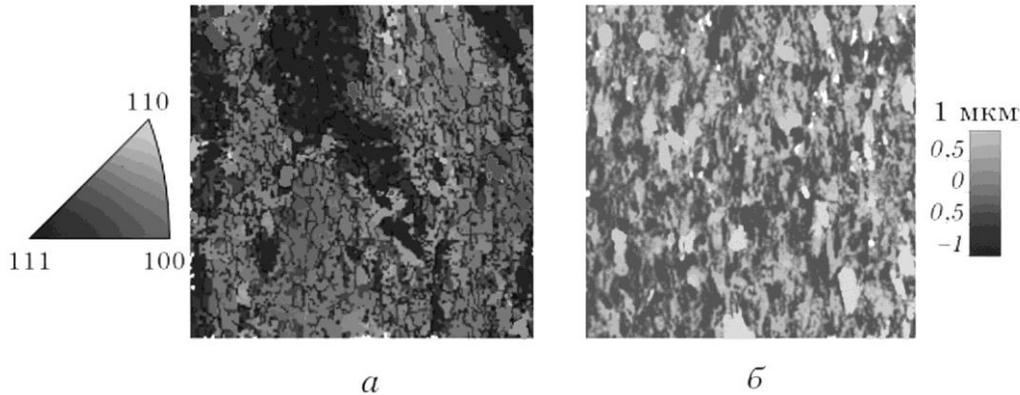


Рис. 3. Поверхня зразка W-IG: ділянка  $90 \times 90$  мкм<sup>2</sup> (дані EBSD), орієнтація зерен перпендикулярно до поверхні визначається кольоровим кодуванням (вставка зліва) (а); 2D-результати вимірювань CLSM після розпилення іонами Ar ( $F_7 = 6,5 \cdot 10^{23}$  іон/м<sup>2</sup>). Розмір зображення –  $1100 \times 1100$  мкм<sup>2</sup>. Для визначення висоти зерен справа наведена шкала висот (б)

На рис. 4, а–г наведено залежності параметрів плівки (товщина  $d_f$  та відсоток матеріалу підкладки  $v_s$ ) та розрахункового значення коефіцієнта відбиття  $R$  від флюєнсу. Для з'ясування тенденцій кожної з залежностей побудовано їхні лінійні апроксимації.

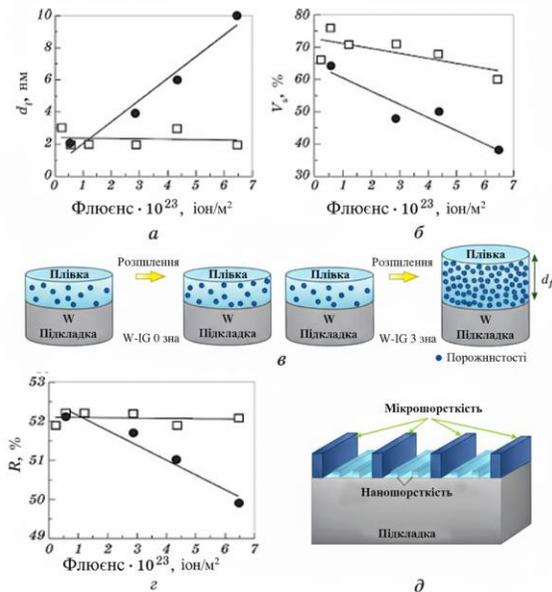


Рис. 4. Параметри моделі поверхні попередньо опроміненої (3 зна) та необробленої (0 зна) сторін зразка W-IG залежно від флюєнсу: товщина плівки (а), об'ємна частка матеріалу підкладки у плівці (б), результати розпилення (товщина плівки та її щільність) (в) та коефіцієнт відбиття ( $\lambda = 633$  нм) (суцільними лініями показано лінійні тренди відповідних параметрів) (г), уточнена модель поверхні зразка W-IG із шорсткими структурами двох масштабів (д).

З рис. 4, б видно, що відсоток матеріалу підкладки  $v_s$  зменшується, а отже «пористість» плівки (частка пустот) зростає зі збільшенням флюєнсу (рис. 4, в). При цьому попередньо опромінена сторона зразка «розпушується» значно швидше. Додаткові дослідження показали, що в останньому випадку швидкість цього зростання сильно залежить від дози попереднього опромінення (чим більша доза, тим інтенсивніше зростання). На

рис. 4, г показано залежність дзеркального коефіцієнта відбиття  $R$ , розрахованого за даними еліпсометрії для моделі, наведеної на рис. 4, д: коефіцієнт відбиття попередньо необробленого зразка зі збільшенням флюєнсу не змінюється, а для опромінених – монотонно зменшується. З аналізу рис. 4, а–г випливає, що поведінка опроміненої та необробленої поверхонь якісно різняться: параметри необробленої поверхні практично не змінюються зі зростанням флюєнсу, тоді як на попередньо опроміненій поверхні формується плівка, щільність якої зменшується зі збільшенням флюєнсу (рис. 4, в). У рамках прийнятої моделі, зі збільшенням розміру шорсткості металевої поверхні, коефіцієнт відбиття повинен знижуватися, що спостерігається за результатами розрахунків. Це свідчить на користь адекватності запропонованої моделі.

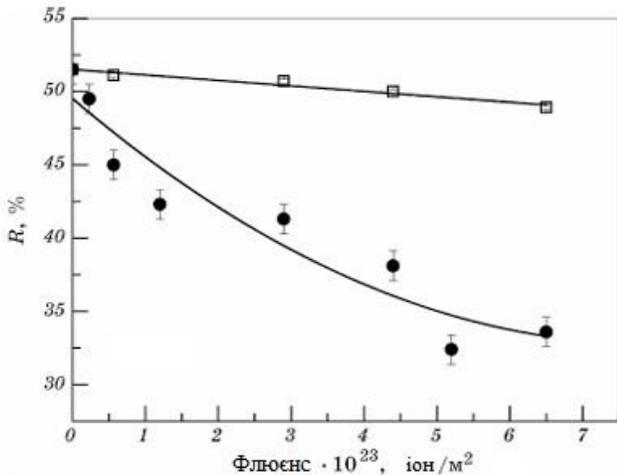


Рис. 5. Коефіцієнт відбиття, отриманий з розрахунку за даними еліпсометрії (□) та з прямих вимірювань (●) залежно від флюєнсу для зразка W-IG (3 зна) на довжині хвилі 633 нм.

розсіяння та, відповідно, зниження коефіцієнта відбиття. Цей ефект пов'язаний із принциповою різницею фізичних процесів, що лежать в основі цих двох методик. Розмір мікрошорсткості значно перевищує довжину хвилі видимого світла, що призводить до істотного розсіювання випромінювання в цьому спектральному діапазоні і, відповідно, добре фіксується рефлектометриєю, але для еліпсометрії залишається невидимим. І навпаки, нанорозмірна шорсткість практично не розсіює світло видимого діапазону, але формує на поверхні тонкий порушений шар, який добре «бачить» еліпсометрія, а для рефлектометрії його внесок є неістотним.

На рис. 6, а–г наведено інтерференційні картини опроміненої іонами  $W^{+6}$  сторони зразка W-гс та необробленої після очищення і розпилення. Поверхня опромінених іонами  $W^{6+}$  (3 зна) та необроблених зразків (0 зна) абсолютно гладка: всередині кожного зерна інтерференційні смуги залишаються паралельними. Розмір зерен становить  $\approx 10$ – $100$  мкм. Можна помітити різкий зсув інтерференційних смуг на межах деяких зерен

На рис. 5 наведено порівняння коефіцієнта відбиття, отриманого з розрахунку за даними еліпсометрії та з прямих вимірювань залежно від флюєнсу для зразка W-IG (3 зна) на довжині хвилі 633 нм. Оскільки товщина плівки дуже мала, з точки зору еліпсометрії йдеться фактично про чисту поверхню, а модельна плівка – невелика поправка, яка не може пояснити ту значну шорсткість, що спостерігається за допомогою мікроскопії та мікроінтерферометрії. Ця особливість, а також той факт, що розрахована в моделі залежність коефіцієнта відбиття від флюєнсу значно відрізняється від експериментально отриманої за допомогою рефлектометрії при нормальному падінні, означає, що еліпсометрія «не бачить» ту шорсткість, яка добре помітна на мікрофотографіях і яка дає

(позначено стрілками на рис. 6, в, г), що свідчить про розвиток східчастої структури поверхні й є типовим для полікристалічних матеріалів, які зазнають тривалого розпилення. Зазначені зміни однакові для обох сторін зразка - необробленої (рис. 6, а, в) та попередньо опроміненої іонами вольфраму до дози 3 зна (рис. 6, б, г).

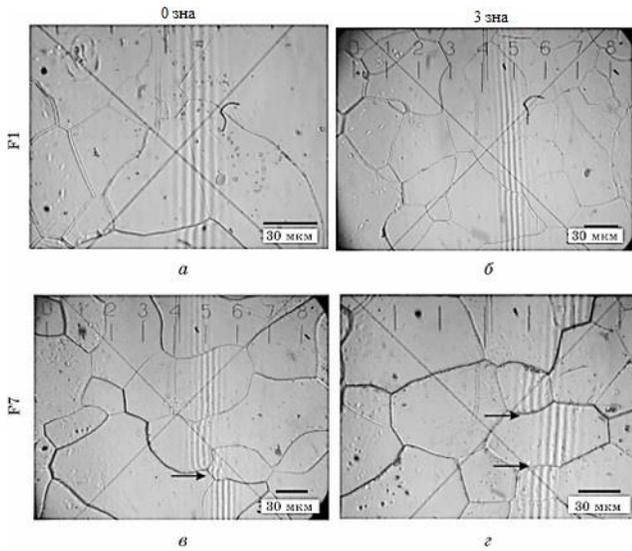


Рис. 6. Інтерференційні картини поверхні зразка рекристалізованого W-гс: необроблена сторона (0 зна) (а, в), опромінена сторона (3 зна) (б, г); після очищення та флюенсу іонів Ar – F1 (а і б), F7 (в і г). Стрілки вказують на зсуви інтерференційних смуг на межах зерен

дено SEM-зображення ділянки поверхні, позначеної пунктиром на рис. 7, а, усередині якої переважає сірий колір. За даними CLSM можна сказати, що це одне зерно, однак із SEM-зображення цієї ділянки видно, що це кілька суміжних зерен. Оскільки на CLSM-карті ці зерна мають однаковий колір, вони перебувають на однаковій висоті, і східців між ними немає.

На рис. 8 наведено залежність коефіцієнта відбиття при нормальному падінні від флюенсу для неопроміненої (0 зна) та опроміненої (3 зна) сторін зразка W-гс. Оскільки у всьому видимому спектрі ця залежність однакова, показано графік для  $\lambda = 600$  нм. Очевидно, що зразки дзеркал W-гс, попередньо опромінені іонами  $W^{6+}$  до дози 3 зна (що є типовим для ITER), під час

На рис. 7, а наведено ділянку поверхні розміром  $0,64 \times 0,64$  мм<sup>2</sup> зі шкалою висот, отриману за допомогою конфокальної лазерної сканувальної мікроскопії. За нульовий рівень прийнято зерна сірого кольору. Найбільший перепад висот між сусідніми зернами становить  $\Delta h \approx 1,5$  мкм. Однак, поряд із такими великими відмінностями за рівнем висоти між зернами, що мають значну різницю в орієнтації, існує багато дрібних східців висотою менше 100 нм (переважно до 20 нм) між сусідніми зернами з невеликою різницею орієнтацій, де переважають зерна різних відтінків із середини кольорової шкали. На рис. 7, б наве-

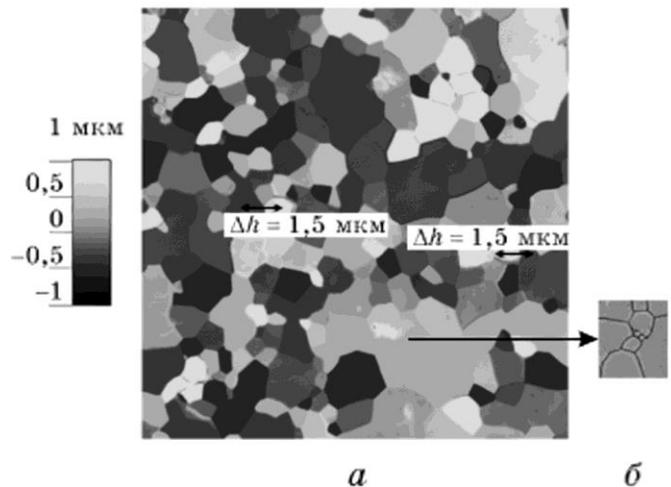


Рис. 7. Дані CLSM (а) для поверхні зразка, опроміненого дозою 3,0 зна, після впливу флюенсу  $F_7 = 6,45 \times 10^{23}$  іон/м<sup>2</sup> (розмір зображення:  $0,64 \times 0,64$  мм<sup>2</sup>), наведено шкалу висот; SEM-знімок (б) ділянки поверхні, виділеної пунктиром на (а)

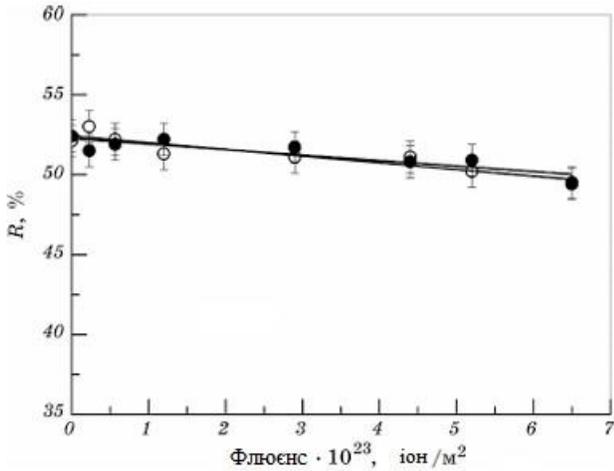


Рис. 8. Залежність коефіцієнта відбиття при нормальному падінні від флюенсу для неопроміненої (0 зна –  $\circ$ ) та опроміненої (3 зна –  $\bullet$ ) сторін зразка W-rc на довжині хвилі 600 нм

рельєфу двох різних типів. На поверхні W-IG - рельєф, що складається з двох видів шорсткості: мікромасштабної, пов'язаної з наявністю конгломератів (сукупностей близько орієнтованих зерен), і наномасштабної, присутньої всередині конгломератів. На поверхні W-rc - ступінчастий рельєф. Оскільки W-rc виготовлений за технологією ITER-grade із подальшою рекристалізацією, можна зробити висновок, що процес рекристалізації стабілізує структуру W. Близько орієнтовані зерна всередині конгломерату об'єднуються в одне зерно і, як наслідок, зникає дрібномасштабна шорсткість, а переходи між зернами стають різкішими (рис. 9).

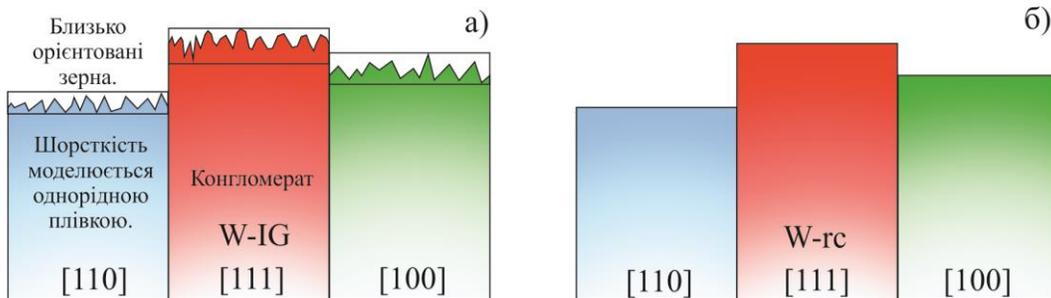


Рис. 9. Рельєф поверхні, пов'язаний з різними швидкостями розпилення різноорієнтованих зерен, для зразків W-IG (а) та W-rc (б)

Причиною появи рельєфу на поверхні обох типів вольфраму є різниця у швидкості розпилення для зерен із різною орієнтацією. Швидкості розпилення різних областей W-IG, що складаються з близько орієнтованих зерен, відрізняються. Області, в яких пере-

розпилення іонами Ar з енергією 600 eV поводяться аналогічно зразкам без попереднього опромінення. Це означає, що результат послідовного впливу нейтронів і атомів перезарядки на вольфрамові ПД зводиться фактично до дії лише АП. Розпилення шару товщиною  $\approx 3,9$  мкм призвело до зміни коефіцієнта відбиття приблизно на 2% у всьому спектральному діапазоні, оскільки, незважаючи на процес розпилення, рельєф у межах окремих зерен не розвивається. Згідно з даними еліпсометрії, на поверхні W-rc, попередньо опроміненого іонами  $W^{6+}$  з енергією 20 MeV, після розпилення іонами аргону не з'явився приповерхневий шар, який би суттєво змінив оптичні властивості ПД.

У процесі розпилення на поверхні зразків дзеркал W спостерігався розвиток

важають зерна з орієнтацією, близькою до [110], що мають високий коефіцієнт розпилення, утворюють «долини», а області, де переважають зерна з орієнтацією, близькою до [100], що мають нижчу швидкість розпилення (сірі), утворюють основну частину «хребтів», «піки» яких відповідають зернам з орієнтацією [111] (білі), що мають найнижчий коефіцієнт розпилення. Крупномасштабна шорсткість спостерігається при переході від одного конгломерату до іншого (від «долини» до «хребта»).

Таким чином, очевидно, що рекристалізований W-IG може розглядатися як кращий матеріал для ПЗ, оскільки його оптичні характеристики стабільні до модифікації поверхні при впливі факторів ІТЕР. Встановлену однозначно відмінність у швидкостях розпилення для базових площин W можна використовувати як якісний метод визначення їхніх кристалографічних орієнтацій у полікристалічному W. Показано, що нейтронне опромінення, принаймні при тому ступені дефектоутворення, який матиме місце в ІТЕР, не буде вносити помітний додатковий внесок у процеси на поверхні W-гс, що реалізуються під дією атомів перезарядки. Спільний вплив нейтронів та АП на структуру та оптичні властивості зводиться до дії лише АП. Показано, що рекристалізація W-IG призводить до стабілізації структури.

В розділі 3 представлено результати дослідження структури та властивостей, у тому числі стійкості до розпорошення атомами дейтерія, сплаву CuCrZr, підданого обробці за схемою SAcwA. У якості додаткової холодної деформації використовувались КГЕ при азотній температурі, та РККП при кімнатній температурі. Після РККП та старіння було проведене КГЕ при кімнатній температурі та температурі рідкого азота. Проведено комплексні дослідження структури та властивостей сплаву в залежності від процедури обробки. Запропоновано фізичні механізми кінетики розпаду пересиченого твердого розчину, у тому числі при низьких температурах. Показано, що запропоновані методи обробки дозволяють отримати матеріали з комплексом високих фізики-механічних властивостей.

Досліджувався комерційний сплав CuCrZr, що містить 0,8 % (мас.) Cr, 0,05 % (мас.) Zr, 0,1 % (мас.) інших домішок, решта - Cu. Для отримання пересиченого твердого розчину легуючих домішок у мідній матриці ці заготовки були відпалені при температурі 1000 °C протягом 1 години в сольовій ванні з подальшим гартуванням у воду. Після термічної обробки зразки піддавалися КГЕ при температурі 77 K із такими інженерними ступенями деформації  $\epsilon_e$ : 25%, 32%, 40%, 48%, 60% і 74%. Оскільки КГЕ чинить спрямований вплив на зразок, отримана структура має виражену анізотропію. Тому в даній роботі структура та властивості сплаву вивчалися у двох ортогональних перерізах: 1) перпендикулярному (поперечний переріз) та 2) паралельному (подовжній переріз) до напрямку КГЕ. Поперечні зразки представляли собою диски діаметром 5–8,5 мм, а подовжні — прямокутні пластини розміром 20×5 мм. Товщина всіх зразків становила приблизно 1 мм. Далі зразки подовжнього та поперечного перерізів позначені як Lxx та Txx відповідно, де xx - величина номінальних деформацій.

На рис. 10 наведено SEM-зображення подовжніх і поперечних перерізів зразків після КГЕ з інженерними деформаціями 32%, 40%, 48%, 60% і 74% (25% не показані). Цей набір зображень ілюструє зміни мікроструктури зростанням ступеня деформації. На

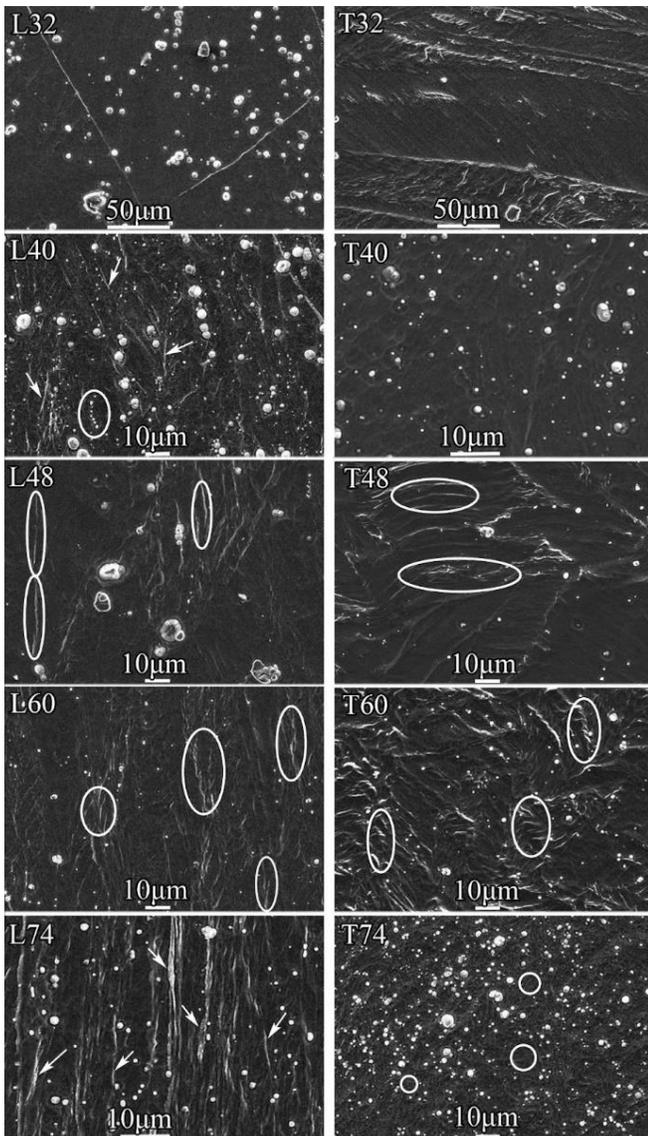


Рис. 10. SEM-зображення подовжніх і поперечних перерізів зразків після КГЕ з інженерними деформаціями 32%, 40%, 48%, 60% і 74%

носна густина, що розраховувалася як відношення площі яскравих контрастних ділянок на SEM-зображенні до загальної площі зображення. Щільність включень вторинних фаз у зразку, який пройшов відпал та гартування (до КГЕ), приймалася за 1. Для розрахунків використовувалося 20 знімків з різним збільшенням для кожного зразка. Результати розрахунків представлені на рис. 11.

На рис. 12 приведено залежність параметра ґратки від ступеня деформації, мікротвердості та електропровідності (%IACS).

Усі досліджувані структурні параметри та фізичні властивості якісно схожим чином залежать від ступеня деформації. Зокрема, у діапазонах  $\epsilon_e = 24\text{--}40\%$  (діапазон I) та

рис. видно, що мікроструктура, зокрема концентрація включень вторинних фаз, досліджуваного сплаву сильно залежить від ступеня деформації при КГЕ. При збільшенні ступеня деформації від 32% до 40% візуально зростає кількість виділень, переважно сферичних, для обох перерізів. У перерізі T32 спостерігається двійниковання кристалічної решітки (виділено кружком, а межа двійниковання позначена стрілкою). У перерізі L40 спостерігаються витягнуті вздовж напрямку деформації ланцюжки сферичних включень вторинних фаз. Після 48% кількість включень вторинних фаз зменшується, при цьому як у подовжніх, так і в поперечних перерізах з'являються волокнисті утворення (обведені кружками у перерізах L48, T48, L60, T60 та позначені стрілками у перерізах L74). Далі, зі збільшенням  $\epsilon_e$ , зростає концентрація як волокнистих структур, так і сферичних включень вторинних фаз. Слід звернути увагу, що у подовжніх перерізах волокна витягнуті вздовж напрямку деформації, а у поперечних — орієнтація волокон хаотична. У перерізі T74 спостерігається велика кількість включень вторинних фаз різного розміру, проте є ділянки без крупних включень (позначено кружками), і в цьому випадку волокна не спостерігаються.

Для кількісної оцінки впливу ступеня деформації на кількість включень вторинних фаз використовувалася їхня від-

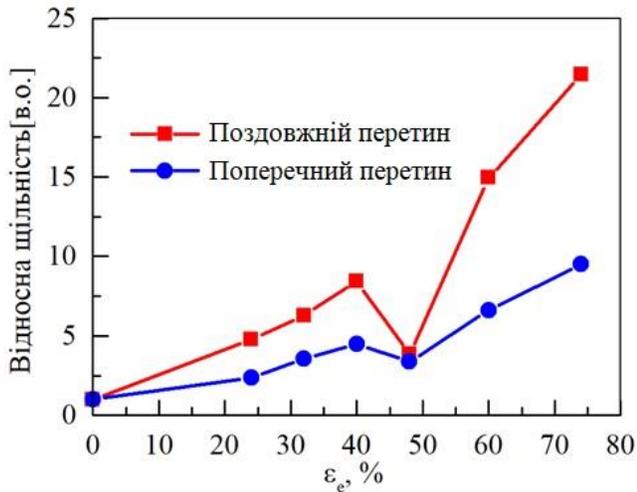


Рис. 11. Залежність відносної щільності включень вторинних фаз у поздовжніх і поперечних перерізах від ступеня деформації

ного твердого розчину під час динамічного старіння. Цей ефект характерний для низькотемпературних деформацій і пов'язаний з лавиноподібним утворенням скупчень дислокацій при певних ступенях деформації, що залежать від матеріалу та температури. Цей ефект спостерігався в інших дослідженнях при температурах значно нижчих за температуру рідкого азоту.

$\epsilon_e = 48-74$  % (діапазон II) всі залежності демонструють монотонне зростання або падіння. Між цими діапазонами ( $\epsilon_e = 40-48$  %) спостерігається різка зміна всіх досліджених характеристик.

Зміна властивостей у діапазоні I пов'язана зі зростанням дефектності матриці та динамічним старінням сплаву (збільшенням кількості виділень). Це підтверджується як механічними характеристиками, так і структурними дослідженнями. «Стрибок» і подальше уповільнення процесу динамічного старіння обумовлені лавиноподібним зростанням дефектів матриці (ймовірно, дислокацій) при ступенях деформації, близьких до 50 %, що уповільнює розпад пересиченого

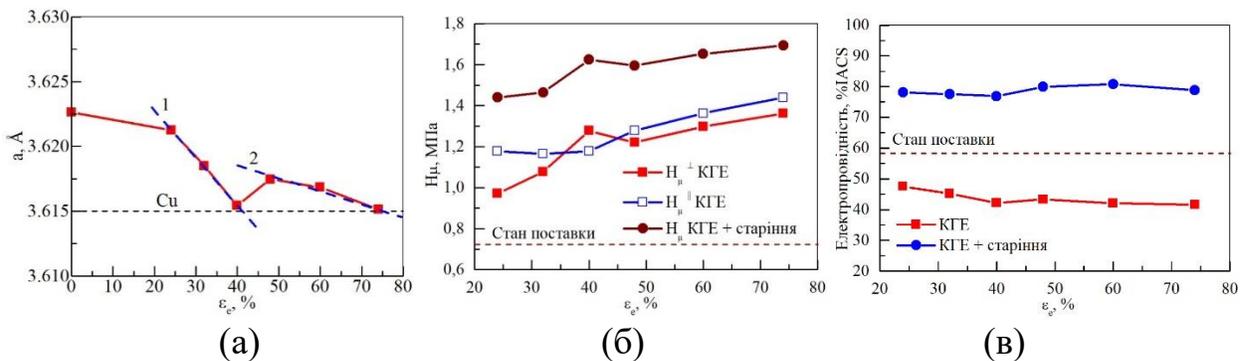


Рис. 12. Залежності періоду ґратки мідної матриці від ступеня деформації (а), мікротвердості зразків у подовжньому ( $H_{\mu}^{\parallel}$ ) та поперечному ( $H_{\mu}^{\perp}$ ) перерізах (б), електропровідності (%IACS) у поздовжньому перерізі (в)

У діапазоні II реалізуються ті ж процеси (зростання дефектності матриці та динамічне старіння), що й у діапазоні I, але з меншою інтенсивністю. Це свідчить про досягнення ступеня деформації, достатнього для подолання атомами розчиненої фази потенційного бар'єру, створюваного іншими дефектами матриці. Це підтверджується зменшенням параметра ґратки у розглянутій області (рис. 13) і збільшенням густини включень вторинних фаз (рис. 12). Відповідно, спостерігається зростання мікротвердості ( $H_{\mu}$ )

в обох перерізах (подовжньому та поперечному), хоча і менш інтенсивне, ніж у діапазоні I. Зменшення швидкості зростання  $N_d(\epsilon_c)$  пов'язане з уповільненням процесу динамічного старіння (у порівнянні з діапазоном I), що видно з залежності параметра ґратки від ступеня деформації.

Отже, існують два основних конкуруючих процеси: динамічне старіння та генерація дефектів у матриці або її структурних елементах, які уповільнюють процес динамічного старіння. Відповідно, знак зміни властивостей і параметрів структури сплаву залежить від того, який процес переважає при певних значеннях ступеня деформації.

З аналізу видно, що при відносно невеликих ступенях деформації електромеханічні властивості близькі до властивостей матеріалів, підданих більш значним ступеням деформації. Припускається, що це пов'язано з гальмуванням зворотних механізмів у матриці при низьких температурах. Також логічно припустити, що властивості матеріалів можна покращити шляхом послідовного проведення ШД при кімнатній температурі та подальшого проведення КГЕ при низьких температурах. У зв'язку з цим проведено дослідження впливу послідовного застосування РККП та КГЕ на структуру та властивості сплаву CuCrZr, зокрема вивчено радіаційну стійкість отриманого матеріалу до атомів перезарядки та вплив радіаційно-індукованих дефектів на результати вимірювання еліпсометричних параметрів.

На першому етапі (перед РККП) зразки піддавалися термічній обробці: відпал при температурі 950–1000°C протягом 1 години та загартування у воді. В результаті отримано крупнозернистий (КЗ) матеріал з розміром зерна 35–50 мкм. На другому етапі проводилось РККП при кімнатній температурі, яке здійснюється при куті між каналами 90° та швидкості пресування 0,4 мм/с. Основною метою цієї обробки є збільшення щільності дислокацій та інших дефектів, а також утворення грубих включень вторинних фаз для створення більш суттєвих бар'єрів для дислокацій, що переміщуються в процесі деформації. Така процедура призводить до зміцнення вихідного матеріалу за рахунок подрібнення зерна. В результаті трьох проходів РККП отримано ультрадрібнозернистий матеріал з розміром структурних елементів матриці 200–300 нм. На заключному етапі для стабілізації структурних елементів та вторинних фаз матеріал піддавався старінню при температурі 450 °C протягом 1 години та подальшому охолодженню на повітрі. Всього досліджувались чотири зразки при двох температурах, які розрізались вздовж та поперек напрямку РККП і піддавалися: поздовжньому КГЕ при 300 К (L.КГЕ300), поперечному КГЕ при 300 К (Т.КГЕ300), поздовжньому КГЕ при 77 К (L.КГЕ77), поперечному КГЕ при 77 К (Т.КГЕ77).

Проведено дослідження радіаційної стійкості отриманих зразків, а саме стійкості до розпилення поверхні атомами перезарядки. Для очищення поверхні зразків від можливих забруднень та оксидного шару, що утворився після механічної обробки, використовували плазму іонів дейтерію з параметрами:  $E_i \approx 60$  еВ/іон, флюєнс  $\sim 2,5 \times 10^{23}$  іон/м<sup>2</sup>. Атоми перезарядки імітувалися шляхом розпилення поверхні плазмою дейтерію з  $\langle U \rangle = -600$  В,  $j = 2,8$  мА/см<sup>2</sup>, час розпилення 10 хв на кожну експозицію. Структура зразків досліджувалась як після очистки, так і після кожного розпилення. Мікроструктура сплаву CuCrZr досліджувалася методами скануючої електронної мікроскопії (SEM) та

інтерферометрії. Включення вторинних фаз аналізували за допомогою мікроскопа JSM-6390LV (JEOL, Японія) з мікроаналізатором EDXS. Рельєф поверхні досліджувався за допомогою мікроінтерферометричної системи на базі МП-4 та багатоцільового оптичного комплексу. Оптичні властивості розпилених шорстких поверхонь досліджували методом оптичної багатокутової еліпсометрії (ЛЕФ-3М). Мікротвердість вимірювалась за допомогою мікротвердомера ПМТ-3М при навантаженні 1 Н. Питомий електричний опір вимірювався стандартним чотирьохзондовим методом з лінійним розташуванням контактів (точність 0,001 Ом·мм<sup>2</sup>/м). Після кожного розпилення визначалась втрата маси, за якою оцінювалась товщина розпиленого шару.

Для зразків L.КГЕ300 (рис. 13, а) та L.КГЕ77 (рис. 13, б) морфологія та характерні особливості мікроструктури аналогічні. Включення вторинних фаз спостерігаються у вигляді точок та волокон, але їх вміст у зразку L.КГЕ77 суттєво вищий. Екструдкування сплаву при 77 К призводить до більшої дисперсності та однорідності мікроструктури сплаву, ніж при 300 К (рис. 13, а, б), що проявляється у більшій щільності включень вторинних фаз. В результаті кількість включень у зразках КГЕ77 вища, а частинки дрібніші. Слід зазначити, що поверхня зразків КГЕ77 практично вільна від вигнутих структурних елементів, що свідчить про високу ступінь структурної рівноваги. На рис. 13 в показано збільшену область мікроструктури, відмічену білою рамкою на рис. 13 б. Включення вторинних фаз, багаті на цирконій, які спостерігаються у вигляді волокон, позначені білими стрілками. Спостерігаються також волокна включень вторинних фаз (або їх ланцюжки). Поздовжні зразки (як для L.КГЕ300, так і для L.КГЕ77) характеризуються великими включеннями вторинних фаз, багатих на цирконій, які мають форму витягнутих паралелепіпедів (волокон) довжиною 5–50 мкм.

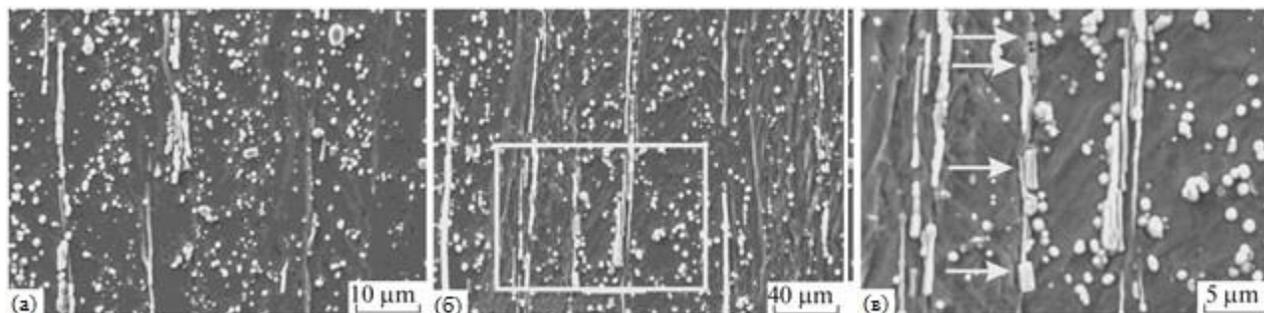


Рис. 13. Мікрофотографії, отримані за допомогою SEM, зразків CuCrZr після п'ятого розпилення: (а) L.КГЕ300 (№ 1); (б) L.КГЕ77 (№ 3); (в) включення, збагачені Zr, у зразку L.КГЕ77; збільшена область поверхні з (б), обведена білою рамкою

У табл. 1 наведено результати вимірювань мікротвердості та питомого електричного опору (провідності).

Таким чином, наведені дані свідчать про анізотропію мікротвердості для поперечних (Т) та поздовжніх (L) зразків (після РККП і старіння) та ефективність КГЕ. Анізотропія мікротвердості практично зникає після КГЕ. Слід зазначити, що КГЕ при 77 К за-

безпечує вищу мікротвердість порівняно з КГЕ при 300 К. Цей факт відображає анізотропію щільності включень вторинних фаз у зразках. Встановлено, що щільність включень вторинних фаз для зразків КГЕ300 суттєво нижча, ніж для зразків КГЕ77.

Таблиця 1

Твердість за Віккерсом ( $H_V$ ), питомий електричний опір ( $\rho$ ) та електропровідність ( $\sigma$ ) відповідно до стандарту IACS (провідність чистої відпаленої міді -  $58 \times 10^6$  См/м).

Обробка	Напрямок різання заготовки.					
	Поздовжній (L)			Поперечний (T)		
	$H_V$ , МПа	$\rho$ , Ом·мм <sup>2</sup> /м	$\sigma$ , %	$H_V$ , МПа	$\rho$ , Ом·мм <sup>2</sup> /м	$\sigma$ , %
РККП+старіння	1820±30	0,025±0,001	69	1680±30	0,024±0,001	72
КГЕ300	2100±30	0,023±0,001	75	2160±30	0,025±0,001	69
КГЕ77	2310±30	0,025±0,001	69	2270±30	0,025±0,001	69

З табл. 1 видно, що КГЕ при 77 К, проведена після РККП, призводить до максимального у цьому дослідженні подрібнення структурних фрагментів та більш рівномірного розподілу включень вторинних фаз у порівнянні з обробкою КГЕ при 300 К. Це зумовлено гальмуванням зворотних процесів, а саме дифузії та рекристалізації, при низькій температурі. Як було показано вище, КГЕ77 забезпечує більш високу мікротвердість (~2300 МПа) порівняно з отриманою після обробки КГЕ при 300 К. Таке різниця зумовлена різною щільністю та однорідністю включень вторинних фаз в зразках, які вищі для зразка, підданого обробці КГЕ77. Отриманий результат корелює з даними про мікроструктуру. Показано, що мінімальний коефіцієнт розпилення, а отже, найкраща радіаційна стійкість до атомів перезаряду, спостерігається для зразка, підданого КГЕ77.

У роботі методом багато-кутової еліпсометрії досліджувався вплив атомів перезарядки на утворення радіаційно-індукованих шорстких поверхонь зразків CuCrZr, що пройшли етапи РККП та КГЕ за різних температур (300 К і 77 К). Досліджувалися різні перерізи зразків, а саме поздовжній і поперечний відносно проведення КГЕ. На рис. 14 наведено залежності  $\Psi(\theta)$ , отримані для зразків CuCrZr, що пройшли послідовну обробку РККП і КГЕ за різних температур та для різних перерізів. Залежності  $\Delta(\theta)$  після розпилення практично не змінювалися, тому надалі вони не розглядатимуться.

З рис. 14 видно, що для всіх перерізів залежності  $\Psi(\theta)$  помітно змінилися вже після першого розпилення. Зокрема, залежності  $\Psi(\theta)$  знаходяться вище залежностей для вихідного зразка, при цьому їх якісний хід залишається практично класичним. Друге та третє розпилення іонами дейтерію призводять до ще більшого збільшення параметра  $\Psi$  для всіх досліджуваних зразків. Слід окремо відзначити, що після другого розпилення хід  $\Psi(\theta)$  змінює знак похідної, відповідно криві перестають мати так званий класичний вигляд. Також на всіх залежностях присутні не сильно виражені осциляції. Четверте розпилення призводить до найбільш значних у даному дослідженні змін залежностей  $\Psi(\theta)$ .

Відбувається як суттєве збільшення величин еліпсометрового параметра  $\Psi$ , так і якісна зміна залежностей  $\Psi(\theta)$  для всіх досліджуваних зразків. Спостерігаються вже сильно виражені осциляції  $\Psi(\theta)$ , особливо в області великих кутів падіння (в області головного кута). Okремо слід розглянути відмінності залежностей  $\Psi(\theta)$  для різних перерізів та температур обробки. Після першого розпилення відмінності у залежностях  $\Psi(\theta)$  для різних зразків мінімальні, так само, як зазначено вище, зберігається класичний хід кривих. Після третього та четвертого розпилення  $\Psi(\theta)$  можна розділити за перерізами. Так,  $\Psi(\theta)$  для КГЕ300К та КГЕ77К у поздовжньому перерізі і КГЕ300К та КГЕ77К у поперечному перерізі групуються по парах. Також варто відзначити, що всередині пар також спостерігаються відмінності.

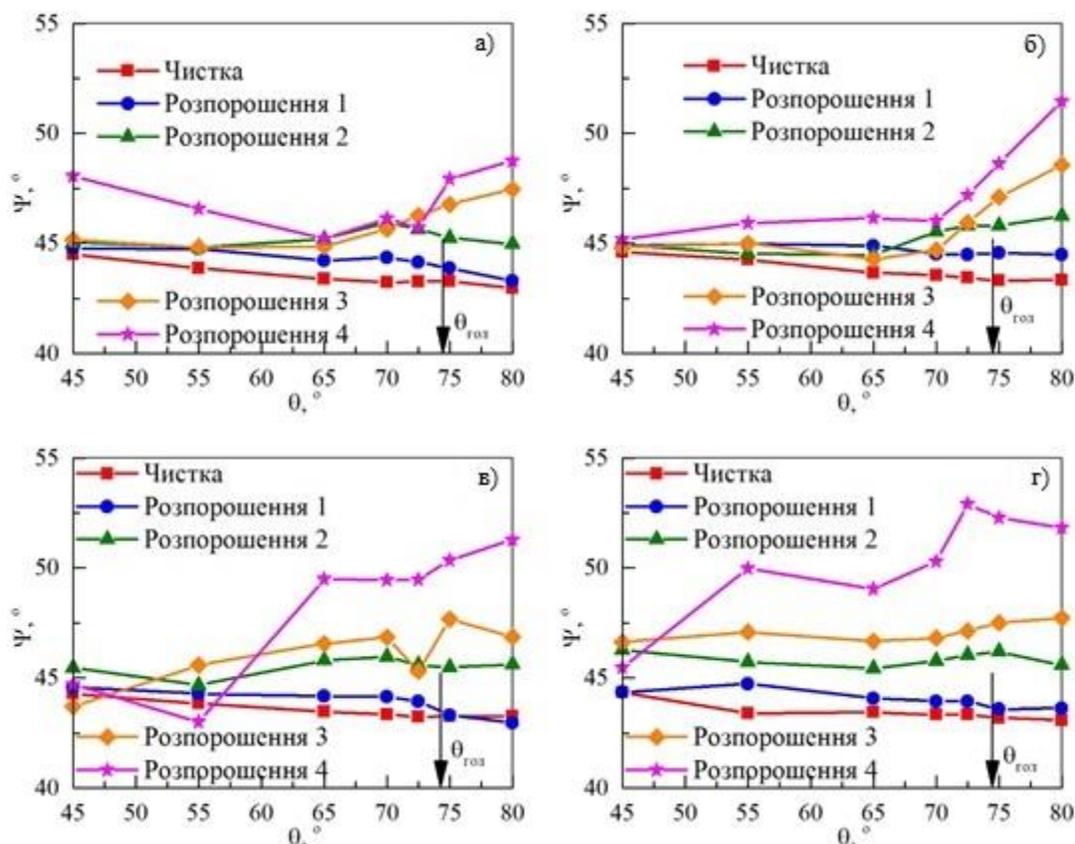


Рис. 14. Залежності  $\Psi(\theta)$ , отримані для зразків CuCrZr, що пройшли послідовну обробку РККП і КГЕ за різних температур і різних перерізів: а) 300 К, поперечний; б) 77 К, поперечний, в) 300 К, поздовжній; г) 77 К, поздовжній

Таким чином, еліпсометрія може відслідковувати зміни морфології поверхні, пов'язані з розпиленням поверхні зразків іонами дейтерієвої плазми. При цьому спостерігається нетрадиційна поведінка параметра  $\Psi$ , особливо в області великих кутів. Інтерпретація отриманих результатів еліпсометрії в рамках планарних моделей ефективних середовищ виявилася неможливою. У зв'язку з цим запропоновано фізичну модель поверхні, згідно з якою основний внесок у поведінку залежностей еліпсометричних параметрів робить наявність дефектів різного типу (як локалізованих, так і їх агломерацій),

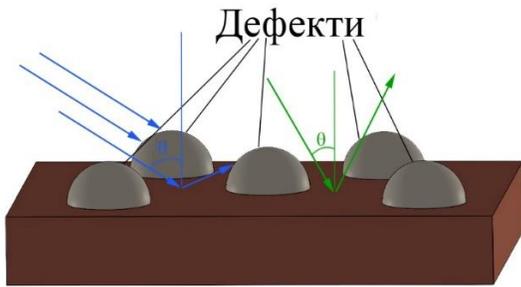


Рис. 15. Модель розпиленого поверхневого шару та схематичне зображення променів, відбитих від нього при малих і великих кутах падіння

розмір яких перевищує або співставний із довжиною хвилі зондувального випромінювання (рис. 15). Для інтерпретації даних еліпсометрії запропонована відповідна модель, однак, як було зазначено, необхідне підтвердження її правильності. У наступних розділах розглянуто метод верифікації різних моделей та досліджено вплив дефектів різних типів на еліпсометричні параметри.

**Розділ 4** присвячений створенню портативному спектроскопічний квазіоптичний ТГц еліпсометр-рефлектометр (SQOTER), який поєднує в собі дві незалежні експериментальні методики: ТГц еліпсометрію та рефлектометрію. SQOTER побудований на основі порожнистого діелектричного хвилеводу, який використовується як лінія передавання, та хвилевідних компонентів. КО надширокопasmогова лінія передавання забезпечує роботу установки в діапазоні частот 0,1...1 ТГц. Розглянуто конструкцію, принцип роботи та систему керування (як апаратну, так і програмну частини). Проведено атестацію розробленого та створеного приладу за допомогою ряду матеріалів і структур. Продемонстровано можливості SQOTER, пов'язані з науковими дослідженнями та промисловими застосуваннями.

На рис. 16 представлена схема SQOTER на основі порожнистого діелектричного променевого (ПДП) та його фотографія, на яких позначені основні компоненти приладу.

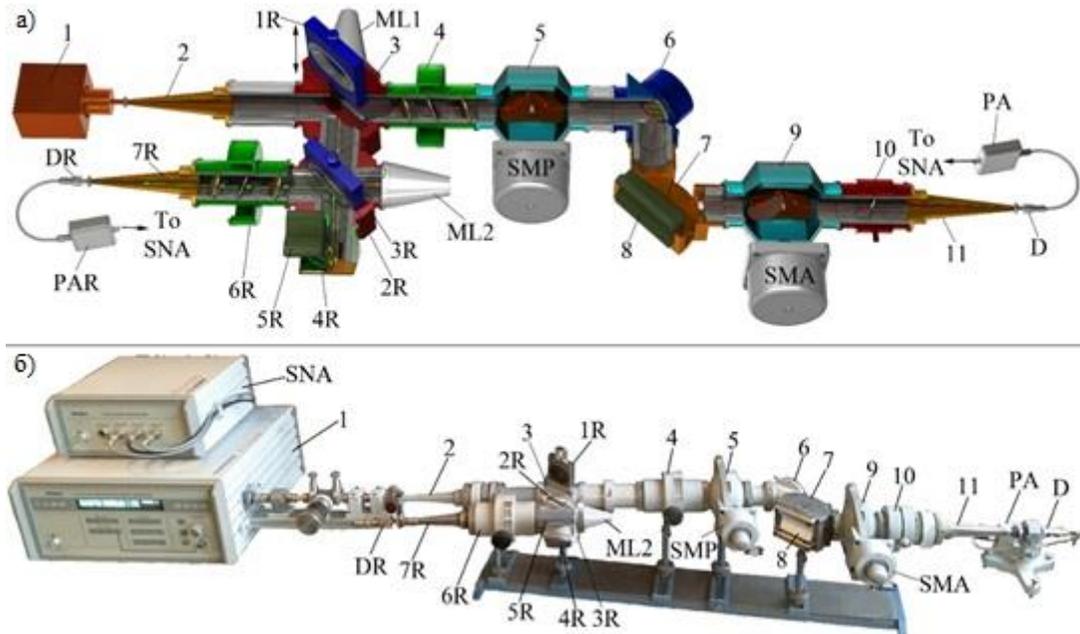


Рис. 16. Схема а) та фото б) спектрального квазіоптичного еліпсометра

Випромінювання з основною модою  $TE_{10}$ , що випромінюється генератором (1), через хвилевід надходить у хвилевідно-променево-перехід (2), де мода  $TE_{10}$  перетворюється в моду  $HE_{11}$  (є основною модою полого діелектричного променеводу). Далі вимірювальний канал розділяється на два: канал еліпсометра і канал рефлектометра. Далі розглянемо обидва ці канали окремо. У випадку, якщо прилад працює в режимі еліпсометра, дзеркало (1R) із подільника пучка (3) витягнуте, відповідно випромінювання спрямовується в канал еліпсометра. Далі, в каналі еліпсометра пучок проходить через поляризатор, що складається з поляризаційного атенюатора (4) і обертача площини поляризації (5). Поляризаційний атенюатор перетворює випромінювання в лінійно поляризоване в площині падіння, а обертач дозволяє отримати необхідний азимутальний кут поляризації  $P$ . Компенсатор (6) забезпечує необхідний фазовий зсув  $\delta$  між ортогональними компонентами випромінювання. Потім випромінювання спрямовується на зразок (8), встановлений на високоточному  $\theta$ - $2\theta$  гоніометрі (7), який забезпечує вимірювання в діапазоні кутів падіння  $\theta$  від  $30^\circ$  до  $60^\circ$ . Гоніометр може бути замінений на інший з іншим діапазоном кутів падіння. Після відбиття від зразка промінь проходить ще через один обертач площини поляризації (9), який повертає азимут поляризації на заданий кут  $A$ . Лінійний поляризатор (10) «вирізає» компоненту випромінювання, паралельну площині падіння, до якої детектор найбільш чутливий. Сукупність елементів (9) і (10) працює як аналізатор, але з фіксованим азимут вихідної поляризації. Така конструкція аналізатора усуває проблему чутливості детекторної частини до азимуту поляризації. Потім за допомогою хвилевідно-променево-переходу (11) мода  $HE_{11}$  перетворюється в моду  $TE_{10}$  і по хвилеводу спрямовується в детектор (D). Сигнал з детектора підсилюється передпідсилювачем PA і надходить на скалярний аналізатор SNA, підключений до комп'ютера. Така конфігурація дозволяє реалізувати низку схем вимірювань: нуль-схему, схему з обертовим аналізатором тощо.

Компоненти, що належать до каналу рефлектометра, позначені літерою R. Для проведення рефлектометричних вимірювань слід вставити плоске дзеркало (1R) у тримач дзеркала (3). Випромінювання відбивається від дзеркала (1R), проходить через подільник пучка (2R), відбивається від плоского металевго дзеркала  $45^\circ$  (4R) і падає на зразок (5R) під кутом  $0^\circ$ . Відбитий від зразка промінь ще раз відбивається від дзеркала (4R) і спрямовується подільником пучка (2R) через поляризаційний атенюатор (6R) і хвилевідно-хвилеводний перехід (7R) на детектор (DR). Атенюатор (6R) забезпечує 3 дБ ізоляцію детектора від вимірювального тракту. Узгоджені навантаження (ML1) і (ML2) зменшують багаторазові перевідбиття в ланцюзі.

Проведено тестування створеного приладу. Показано, що точність вимірювання еліпсометричних параметрів складає  $\Psi \sim 0,05^\circ$ ,  $\Delta \sim 0,1^\circ$ ,  $R \sim 1\%$ .

**П'ятий розділ** присвячено масштабному моделюванню впливу дефектів різного типу та розмірів, характерних для поверхні зразків дисперсійно-зміцненого сплаву Cu–Cr–Zr та вольфраму (W), які піддавалися розпиленню, на результати еліпсометричного експерименту. Основна мета проведеної роботи полягає у дослідженні впливу дефектів різних типів (включення вторинних фаз, блістеринг, ямки, межі зерен тощо) на дані елі-

псометрії методом терагерцового масштабного моделювання. Для масштабного моделювання було використано терагерцовий еліпсометр, як у монохроматичному режимі (робоча довжина хвилі  $\lambda = 2,14$  мм), так і в спектральному (0,17–0,22 ТГц). Такі великі робочі  $\lambda$  дають змогу формувати на поверхні дефекти заданої форми та розмірів у міліметровому масштабі й досліджувати їх вплив на еліпсометричні параметри.

Матеріалом зразків для дослідження в цій роботі слугував ферит марки Ercos №87. Вибір матеріалу пов'язаний із тим, що його оптичні властивості у робочому терагерцовому спектральному діапазоні близькі до властивостей металів в оптичному діапазоні. Було досліджено кілька типів дефектів на поверхні зразка: 1) у вигляді паралелепіпеду, 2) ямки різних розмірів і форми, 3) множинні (конгломерати) дефектів у вигляді паралелепіпеду. Зразки представляли собою пластини розміром  $50 \times 22$  мм<sup>2</sup> (діаметр плями випромінювання на зразку 20 мм). У центрі пластини розташовувався дефект (або конгломерат) з варійованими розмірами в діапазоні  $0,2\lambda \dots 2\lambda$ .

З результатів досліджень можна виокремити наступні основні результати.

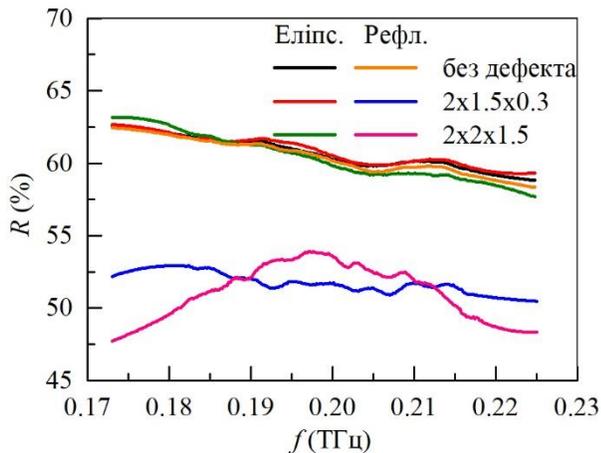


Рис. 17. Безпосередньо виміряні та обчислені за результатами еліпсометрії спектральні залежності коефіцієнта відбиття  $R(f)$  при нормальному куті падіння для бездефектного зразка та двох зразків з дефектами різних розмірів

ектометрії сильно залежать від розміру дефекту. У той же час результати еліпсометрії практично не залежать від розміру дефекту і всі якісно відповідають результатам рефлектометрії для зразка без дефектів.

Показано, що локалізовані дефекти досліджуваних типів викликають неklasичну поведінку кутових залежностей  $\Psi(\theta)$  та  $\Delta(\theta)$

Встановлено, що квазіоптична еліпсометрія однозначно відслідковує зміни топографії поверхні. Довжина хвилі  $\lambda = 2,14$  мм дозволяє проводити масштабне моделювання впливу поверхневих дефектів на еліпсометричні параметри на міліметровому рівні. Підтверджено модель з розділу 2: локалізовані дефекти, розміри яких менші за довжину хвилі, стають «невидимими» для еліпсометрії, але суттєво впливають на коефіцієнт дзеркального відбиття. З рис. 17 видно, що результати реф-

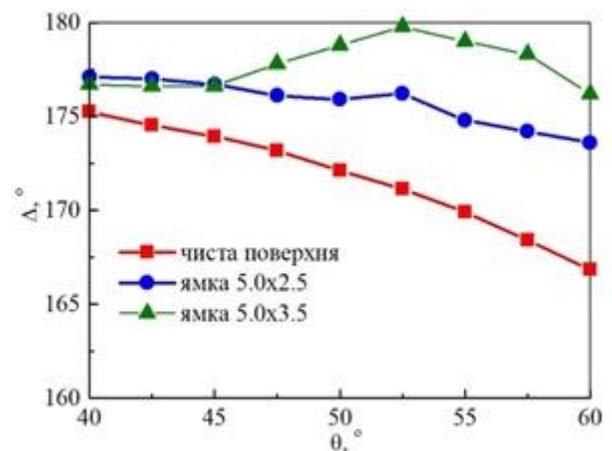


Рис. 18. Кутові залежності  $\Psi(\theta)$  для зразка без дефектів і зразків з дефектами різних розмірів

(рис. 18), якщо довжина хвилі більша або співставна з розміром дефекту. Таким чином, підтверджено модель, запропоновану в розділі 3, згідно якої «некласичний» характер кутових еліпсометричних параметрів пов'язаний з наявністю локалізованих дефектів (ямки і паралелепіеди), розміри яких у кілька разів перевищують довжину хвилі зондувального випромінювання. При довжині хвилі більшій за дефект еліпсометрія «бачить» поверхню як бездефектну, хоча рефлектометрія фіксує зменшення коефіцієнта відбиття. Виявлено, що еліпсометрія більш чутлива до глибини ямки, ніж рефлектометрія, за винятком випадків, коли довжина хвилі менша або співставна з розміром ямки. Виявлена різниця результатів еліпсометрії та рефлектометрії зумовлена різницею фізичних принципів методів. У деяких випадках вони не можуть замінювати один одного, але при спільному використанні і наявності адекватних моделей поверхні методи ефективно доповнюють один одного при дослідженні шорстких поверхонь.

Для всіх досліджених конфігурацій множинних дефектів показано, що при малих відстанях між ними спостерігається спільний вплив на еліпсометричні параметри. При певній відстані дефекти починають впливати на результати незалежно. Введено поняття критичної відстані локалізації дефектів  $d_{cr}$ , за межами якої вони не здійснюють спільного впливу: при  $h/\lambda \sim 1$   $d_{cr} = 3,5-4,5\lambda$ ; при  $h/\lambda \sim 3/4$  та  $1/4$  - менше  $\lambda$ . Дефекти великих розмірів ( $\sim \lambda$ ) викликають коливання кутових залежностей  $\Psi(\theta)$  та  $\Delta(\theta)$ , які можна використовувати для визначення характеристик шорсткості. При зменшенні висоти дефекту  $h$  період коливань збільшується, тому для вивчення впливу дефектів з  $h < 0,7\lambda$  необхідні вимірювання в більшому діапазоні кутів падіння. Отримані значення критичної відстані далі буде використано для дослідження параметрів активованого вугілля.

Сумісне використання еліпсометрії та рефлектометрії, є досить поширеним і добре перевіреном експериментальним підходом. У деяких випадках навіть рекомендується включати вимірний коефіцієнт відбиття за допомогою рефлектометрії до функції нев'язки під час обробки експериментальних результатів еліпсометрії, що як показано у даній роботі, не завжди є коректним. Отримані результати, показують, що еліпсометрія та рефлектометрія повинні використовуватися разом як доповнюючі методи з великою обережністю. Також, терагерцова еліпсометрія може бути використана для вивчення різних типів поверхневих структур, що зазвичай дуже складно або неможливо виконати за допомогою оптичної еліпсометрії.

**Розділ 6** присвячений прикладному застосуванню субтерагерцевої еліпсометрії, завдяки великій довжині хвилі (2,14 мм), для діагностики сильношорстких поверхонь покриттів, отриманих за допомогою мікроплазменного оксидування.

Вихідні пластини були виготовлені з листа алюмінію 1100 і піддані МДО впродовж різного часу (1 хв, 10 хв, 20 хв і 30 хв). Відповідні зразки далі позначатимуться як S1m, S10m, S20m та S30m.

На рис. 19 представлено SEM зображення торців зразків, з яких видно, що морфологія плівок змінюється зі збільшенням часу МДО. У покриттях є регіони з різними кольорами. За мінімального часу обробки (1 хв, рис. 19, а) покриття дуже неоднорідне:

кількість темних контрастних ділянок досить велика (вони позначені чорними стрілками). Зі збільшенням часу обробки контраст таких ділянок стає менш вираженим (рис. 19, б, в). Після обробки протягом 30 хв. покриття стає майже однорідним (рис. 19, г)).

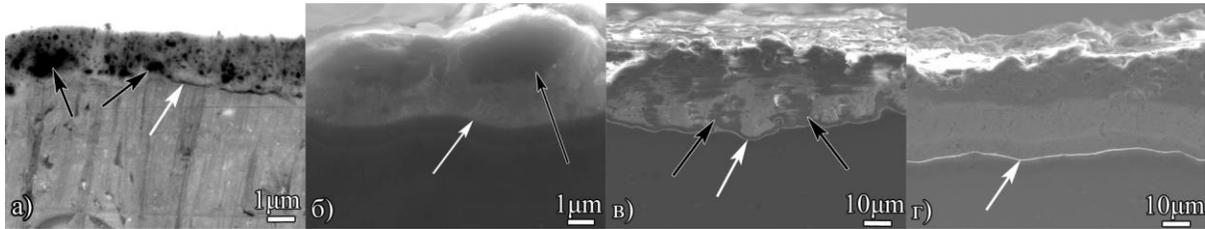


Рис. 19. SEM зображення зразків, підданих МПО різної тривалості: а) 1 хв., б) 10 хв., в) 20 хв., г) 30 хв.

Як видно із зображень, товщина плівок досить неоднорідна, що визначає величину шорсткості поверхонь розділу повітря-плівка та плівка-метал. Слід підкреслити, що межі розділу метал-плівка (позначені білими стрілками) для всіх зразків дуже гострі та достатньо тонкі порівняно з товщиною плівки. Це дуже важливо для подальшого аналізу результатів еліпсометрії.

У квазіоптичних дослідженнях в субтерагерцовій області (0,14 ТГц) виміряно нормальні коефіцієнти відбиття  $R$  та еліпсометричні параметри  $\Psi$  і  $\Delta$  в діапазоні кутів падіння  $\theta = 35-60^\circ$ . За результатами субтерагерцової рефлектометрії нормальний коефіцієнт відбиття  $R$  усіх зразків дорівнює майже 100%. Так, для вихідної вибірки  $R = 99,9\%$ , а для решти  $R$  змінюється в межах 99,6–99,8%. Це пояснюється високою відбивною здатністю Al-підкладки та низькими (порівняно з Al) оптичними константами плівки. З цих даних випливає, що метод рефлектометрії в суб-ТГц і ТГц діапазонах практично нечутливий до наявності таких плівок на металевих підкладках.

Експериментальні результати еліпсометрії наведені на рис. 20. Можна побачити, що параметр  $\Psi$  не залежить ні від кута падіння, ні від тривалості МДО (рис. 20, а)), що цілком очікувано через високий коефіцієнт відбиття (і, відповідно, оптичні константи) Al-підкладки. Параметр  $\Delta$ , навпаки, істотно залежить як від кута падіння та часу оксидування. Заува-

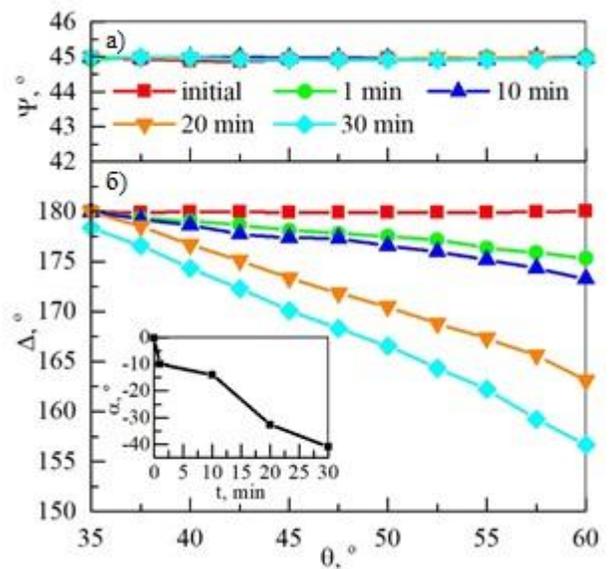


Рис. 20. Залежності еліпсометричних параметрів  $\Psi(\theta)$  а) і  $\Delta(\theta)$  б) при  $\lambda = 2,14$  мм. Вставка: залежність кута нахилу  $\Delta(\theta)$   $\alpha$  від часу оксидування  $t$

жимо, що всі залежності  $\Delta(\theta)$  у розглянутому діапазоні  $\theta$  є практично лінійними, починаються майже в одній точці і, відповідно, у першому наближенні відрізняються лише кутом нахилу  $\alpha$ . На вставці до рис. 20, б) показано залежність  $\alpha$  від часу окиснення  $t$ . Для вихідної поверхні Al  $\Delta = 180^\circ$  ( $\alpha = 0^\circ$ ) у всьому діапазоні  $\theta$ , що характерно для металевих поверхонь у цьому спектральному діапазоні. Проте навіть для зразка S1m пряма  $\Delta(\theta)$  має помітний нахил (близько  $10^\circ$ ). Далі  $\alpha$  монотонно зростає і досягає  $40^\circ$  для зразка S30m. Крім того, починаючи з  $t = 10$  хв  $\alpha$  зростає майже пропорційно часу.

На рис. 21 показано SEM-зображення зразка S20m з виділеними областями, які можуть представляти окремі шари, і відповідну модель поверхні. На рис. 21, а) показана одношарова модель (Модель 1), у якій весь окислений шар моделюється однорідною плівкою (Шар 1), що складається із суміші оксиду Al, муліту, підкладки (Al) і пустот (повітря). У більш складній двошаровій моделі (Модель 2), показаній на рис. 21, б), шорсткість поверхні окисленого шару представлена окремим однорідним шаром, що складається із суміші пустот, Al і муліту. Під час МДО муліт концентрується переважно на поверхні окисдованого шару. Тому сам окисдований шар (Шар 1) у цій моделі не містить муліту. У найскладнішій з приведених моделей (Модель 3) додається ще один шар (Шар 0, рис. 21, в)), який моделює шорсткість «підкладка-покриття» і є однорідною сумішшю Al та оксиду Al. Оскільки покриття, отримані методом МДО, мають високу щільність, кількість пор у шарі 0 і шарі 1 незначна.

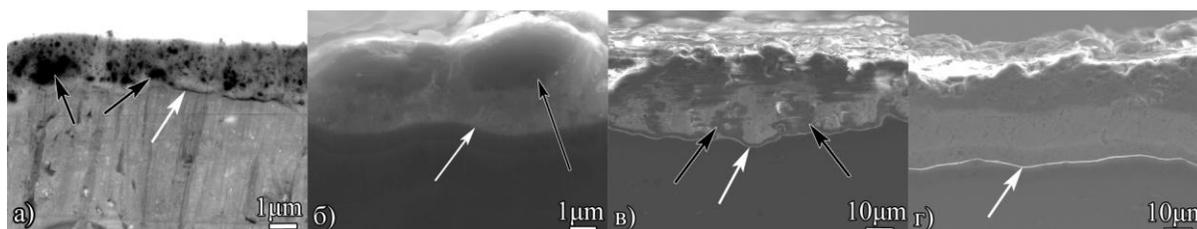


Рис. 21. Фізично обґрунтовані моделі для розрахунку параметрів покриття на прикладі зразка S20m

Більш складні планарні моделі з більшою кількістю шарів є фізично необґрунтованими. Кожна з розглянутих моделей містить деякі невідомі параметри, які можна знайти з результатів еліпсометричного експерименту. Кожен однорідний плоский шар характеризується трьома параметрами: показником заломлення ( $n$ ), коефіцієнтом поглинання ( $k$ ) і товщиною ( $d$ ). Підкладка характеризується лише двома параметрами ( $n$  і  $k$ ). Так, Модель 1 містить 5 невідомих параметрів, Модель 2 - 8, а Модель 3 - 11.

Через наявність сильних кореляційних зв'язків між параметрами не завжди можливо визначити більше одного параметра з достатнім ступенем достовірності тільки за даними еліпсометрії. Це більш вірно у випадку більшої кількості невідомих. Тому для визначення параметрів моделей були використані результати незалежних методів, а саме XRD та SEM. Крім того, проводився аналіз більш складних моделей на основі більш простих.

В результаті ланки розрахунків, для обробки експериментальних результатів еліпсометрії було запропоновано кусково-одношарова модель, яка враховує неоднорідність

розподілення товщини покриття зразка. У табл. 2 наведені результати підгонки параметрів описаної моделі. Перш за все, потрібно зауважити, що для всіх зразків товщини, отримані в малокутовому діапазоні, менші, ніж у великокутовому. Це повністю узгоджується з міркуваннями, що покриття товщі на краях зразка. Водночас із збільшенням часу обробки відносна різниця товщин (у відсотках) зменшується, що пов'язано з поступовим зменшенням градієнта напруженості електричного поля. Оцінки показника заломлення  $n$  однакові для всіх зразків в обох діапазонах, що також свідчить про адекватність запропонованої моделі. З іншого боку (табл. 2), оцінка коефіцієнта поглинання  $k$  зразків S1m, S10m, S20m сильно залежить від діапазону кутів падіння (при великих кутах коефіцієнт поглинання менший). Це пов'язано з різною питомою кількістю муліту на периферії та в центрі покриття. Як показано вище, на периферії зразка покриття росте швидше, ніж у центрі, тому концентрація муліту там нижча. Відповідно, ефективний коефіцієнт поглинання  $k$  також має бути там меншим, про що і свідчать еліпсометричні дані.

Таблиця 2

Оптимальні параметри кускової моделі з піддіапазонами кутів 35-45° та 45-60° та відповідними похибками підгонки.

$t$ , хв.	$d$ , $\mu\text{m}$		$n$		$k$		Похибки підгонки		
	35-45°	45-60°	35-45°	45-60°	35-45°	45-60°	$S_{\Psi}$ , °	$S_{\Delta}$ , °	$S_{\Sigma}$ , °
1	5,77	9,99	3,13	3,11	0,36	0,09	0,022	0,108	0,078
10	8,04	13,39	3,15	3,14	0,11	0,06	0,014	0,144	0,103
20	19,91	34,96	3,13	3,15	0,24	0,05	0,019	0,237	0,168
30	33,99	48,37	3,14	3,14	0,02	0,05	0,011	0,236	0,167

Коефіцієнт поглинання зразка S30m (час окислення 30 хв) практично не залежить від кута падіння, що свідчить про більш однорідний склад плівки. Таким чином, окрім забезпечення гарної відповідності експериментальних даних, ця модель добре узгоджується з результатами інших методів та довідковими даними.

В розділі 7 досліджуються можливості субтерагерцової багатокутової еліпсометрії для визначення пористості (об'єму пор) і вологості гранул активованого вугілля (AB). Інтерес до використання еліпсометрії пов'язаний з високою точністю, відтворюваністю та відносною простотою експерименту. Велика довжина хвилі ( $\lambda = 2,14$  мм) в субтерагерцовій еліпсометрії дає змогу вважати активоване вугілля ефективним середовищем.

У роботі досліджувались циліндричні гранули активованого вугілля фірми CarboTech марки C40/4 (діаметр  $d = 4$  мм) і фірми HAYCARB марки PH-1026 (діаметр  $d = 2$  мм). Нижче вони позначаються як AC4 і AC2 відповідно. Відповідно до технічної документації, гранули мають пористість 71÷75% (AC4) і 68÷74% (AC2). Висота  $h$  вихідних гранул обох марок варіювалась в межах 5÷8 мм. Для порівняння структури обох матеріалів, були зроблені SEM-зображення (рис. 22).

Аналіз SEM-зображень показав, що зразки гранул AC4 і AC2 ідентичні за структурою і мають статистично однаковий розмір пор. Також було визначено елементний склад обох сортів гранул за допомогою EXD-аналізу. За результатами встановлено, що відносна кількість основних елементів (C і O) близька, що також вказує на подібні значення пористості для обох сортів АВ.

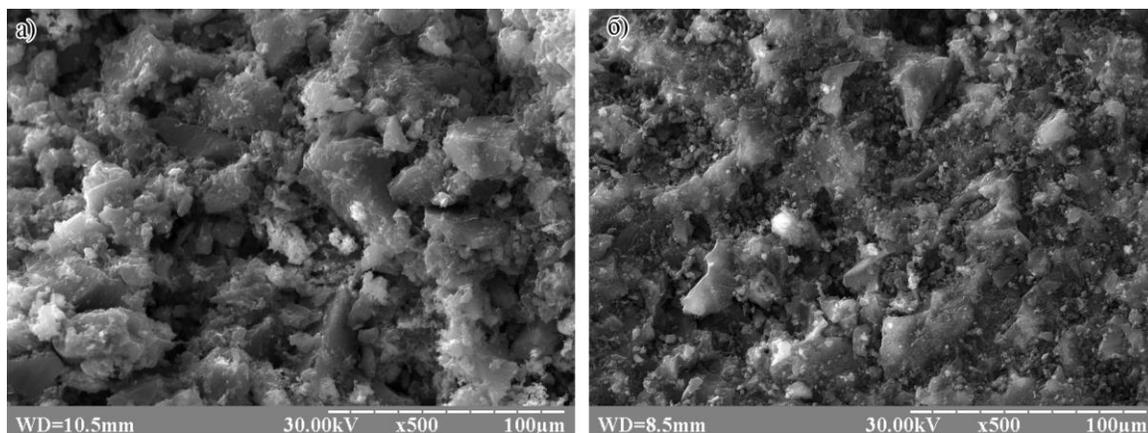


Рис. 22. SEM-зображення гранул AC4 (а) і AC2 (б)

Для еліпсометричних вимірювань поверхня зразка повинна мати розмір не менше  $50 \times 20$  мм. Крім того, еліпсометрія дуже чутлива не тільки до фізичних властивостей поверхні, але й до її геометрії. Тому, були підготовлені спеціальні зразки з плоскими поверхнями та оптимальним наповненням матеріалу для мінімізації потенційного впливу якості поверхні на результати вимірювань. Для цього гранули активованого вугілля були наклеєні на підкладку з епоксидного скловолокна розміром  $57 \times 25$  мм у такому порядку, щоб центри їх основ розташовувалися на гексагональній решітці. Таке розташування забезпечує теоретично максимально можливу щільність упаковки гранул ( $\sim 0,91$ ) і, відповідно, мінімальний і водночас відомий міжзерновий простір. Характерний розмір проміжків між гранулами (діаметр кола, вписаного в міжзерновий простір, становить  $0,16d$ ). Для гранул AC4 це відповідає приблизно  $0,3\lambda$ , тоді як для гранул AC2 це приблизно  $0,15\lambda$ . Таким чином, для обох типів гранул розмір міжзернового простору значно менший за довжину хвилі зондуючого випромінювання. Це дає основу для застосування наближень ефективного середовища для моделювання поверхні цих зразків. Таким чином було підготовлено два зразки: один із гранулами розміром  $4 \times 2,5$  мм (зразок S4) та інший із гранулами розміром  $2 \times 2,5$  мм (зразок S2). У гранул AC4 і AC2 була невелика різниця у діаметрі (від 3,8 до 4,2 мм і від 1,8 до 2,3 мм відповідно), що призвело до коефіцієнтів упаковки 0,79 для зразка S4 і 0,77 для зразка S2.

Результати еліпсометричних вимірювань (залежності еліпсометричних параметрів  $\Psi$  і  $\Delta$  від кута падіння зондуючого випромінювання  $\theta$ ) для зразків S4 і S2 наведено на рис. 23. З графіків видно, що для обох зразків еліпсометричні параметри монотонно зменшуються зі збільшенням кута падіння. Це типова поведінка, з якої можна зробити висновок, що планарні моделі поверхні можуть використовуватись у якості першого наближення для обробки експериментальних результатів. Якісно залежності  $\Psi(\theta)$  та  $\Delta(\theta)$

для обох зразків подібні, але кількісно відрізняються на  $\sim 0,5 \div 1,5^\circ$ , що значно перевищує похибку експерименту. Нижче наведені результати обробки та моделювання експериментальних даних.

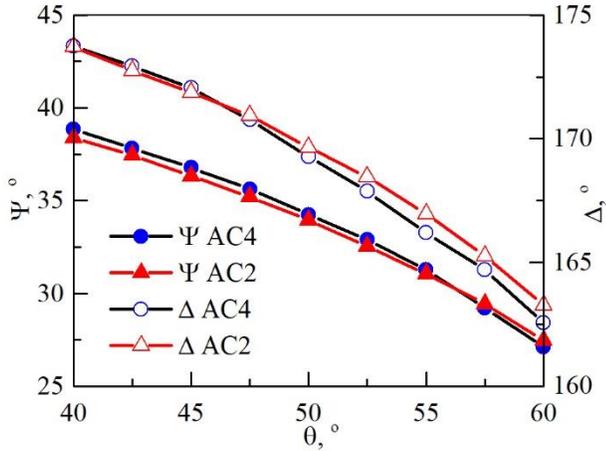


Рис. 23. Кутові залежності еліпсометричних параметрів  $\Psi$  та  $\Delta$  для зразків S4 та S2

рахована за експериментальними даними в моделі чистої поверхні,  $\kappa(\theta) = (1 - q(\theta))/q(\theta)$ ,  $f_a$  та  $f_g$  – частки повітря та гранул відповідно. Таким чином, питання про залежність оптичних констант від кута падіння  $\theta$ , яке виникає при використанні моделі чистої поверхні, зводиться до пошуку такої залежності  $q(\theta)$ , для якої діелектрична проникність  $\epsilon_g$  гранули (1) не залежать від  $\theta$ . Розроблений метод визначення оптимальної залежності  $q(\theta)$  описана нижче.

Еліпсометричні вимірювання проводилися для набору кутів падіння  $\{\theta_i\}$  ( $i=1 \dots N$ ). Відповідно, для кожного  $\theta_i$  необхідно визначити значення  $q_i = q(\theta_i)$ . Оскільки оптичні константи гранул не повинні залежати від кута падіння,  $q_i$  буде вибрано таким чином, щоб дисперсія  $\sigma^2$  значень  $\epsilon_g(\theta_i)$  була мінімальною. Нехай  $q = (q_1, q_2, \dots, q_N)$ ,  $q_i \in [0, 1]$ , тоді:

$$\sigma_\epsilon^2(q) = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (\epsilon_g(q_i) - \epsilon_{avg}(q))^2, \quad (2)$$

$$\epsilon_{avg}(q) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \epsilon_g(q_i), \quad (3)$$

де  $\epsilon_g(q_i)$  - діелектрична проникність гранул при коефіцієнті екранування  $q_i$ ,  $\epsilon_{avg}(q)$  - середнє значення діелектричної проникності гранул, що відповідає вектору коефіцієнтів екранування  $q$ .

Тоді задача знаходження оптимального  $q^*$  має вигляд:

$$q^* = \arg \min_q \sigma_\epsilon^2(q). \quad (4)$$

Далі  $\epsilon_g = \epsilon_{avg}(q^*)$  приймається за істинне значення діелектричної проникності матеріалу гранули.

Першим етапом розрахунку параметрів гранул активованого вугілля є пошук оптичних констант безпосередньо гранул. Для цього була розроблена та застосована модель ефективного середовища зі змінним коефіцієнтом екранування  $q(\theta)$ . Така необхідність пов'язана зі структурою зразка (наявність вертикальних зазорів між гранулами та направленість грану). У рамках цієї моделі діелектрична проникність  $\epsilon_g$  гранули при заданому куті падіння  $\theta$  розраховується за формулою:

$$\epsilon_g(\theta) = \frac{\epsilon_s(\theta)\epsilon_a(k(\theta)f_a - f_g) - k(\theta)\epsilon_s(\theta)}{\epsilon_s(\theta)(f_a - k(\theta)f_g) - \epsilon_a} \quad (1)$$

де  $\epsilon_a$  – діелектрична проникність повітря,  $\epsilon_s(\theta)$  – діелектрична проникність зразка, роз-

У табл. 3 наведено оптичні константи  $n$  і  $k$  гранул АС4 і АС2, отримані в результаті розв'язання задачі (4), їх середні квадратичні відхилення ( $\sigma_n$  і  $\sigma_k$ ) для всіх кутів падіння, а також абсолютні різниці  $n$  і  $k$  для двох типів гранул (рядок  $|AC4 - AC2|$ ). Отримані середні квадратичні відхилення для всіх оцінок менше 0,01. Очевидно, що оцінки показника заломлення  $n$  і коефіцієнта поглинання  $k$  для гранул дуже близькі ( $|n_{AC4} - n_{AC2}| = 0,061$ ,  $|k_{AC4} - k_{AC2}| = 0,009$ ), що корелює з даними SEM і характеристиками гранул, наданими виробниками.

Таблиця 3

Оптичні константи гранул АС4 і АС2 у моделі ефективного середовища зі змінним  $q$ .

Гранула	$n_{av}$	$\sigma_n$	$k_{av}$	$\sigma_k$
АС4	4.711	0.0029	2.107	0.0077
АС2	4.770	0.0054	2.098	0.0057
$ AC4-AC2 $	0.61		0.009	

Після визначення ефективних оптичних констант окремих гранул, може бути розрахована їх пористість в наближенні ефективного середовища Бруггемана (при  $q = 1/3$ ). Однак у загальному випадку гранули містять вологу, яка обов'язково накопичується в АВ, яку необхідно враховувати.

Щоб зрозуміти, яким чином слід враховувати вологість гранул в розрахунках, необхідно було з'ясувати її вплив на результати суб-ТГц еліпсометрії та рефлектометрії. Насамперед було виміряно залежності еліпсометричних параметрів  $\Psi$  та  $\Delta$  від величини  $m$  (масової частки максимально можливої кількості води) води в зразку (рис. 24).

Ці залежності були отримані наступним методом. Спочатку зразок був висушений в сушильній шафі при 300 °С протягом 1,5 годин і зважений. Отримана маса зразка (без маси підкладки) приймалась за масу при нульовому вмісті води. Після цього було виміряно нормальний коефіцієнт відбиття  $R_{refl}$  та еліпсометричні параметри  $\Psi$  і  $\Delta$  при куті падіння  $\theta = 60^\circ$ . Далі зразок поміщався в парову баню на 1-7 хвилин, після чого знову проводилось зважування та вимірювання. Описана процедура повторювалась, поки маса  $m$  зразка не досягла насичення. Ця маса приймалась за вологість 100%. Далі були розраховані залежності оптичних констант гранул  $n(m)$ ,  $k(m)$  (рис. 25, а) та нормального коефіцієнта відбиття  $R_{ell}(m)$  (рис. 25, б), червоні точки) з експериментальних залежностей  $\Psi(m)$  і  $\Delta(m)$  за допомогою

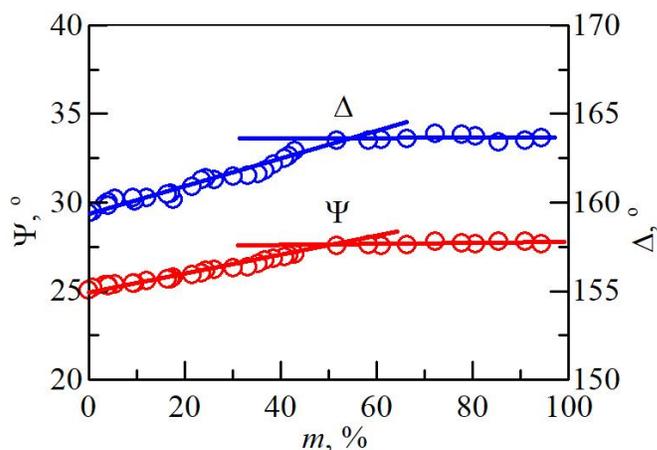


Рис. 24. Експериментальні залежності еліпсометричних параметрів  $\Psi$  та  $\Delta$  від величини  $m$  для зразка S4

рівнянь (2), (4) при  $q = q(60^\circ)$ . Експериментальна залежність  $R_{refl}(m)$  також показана на рис. 26, б) (сині точки).

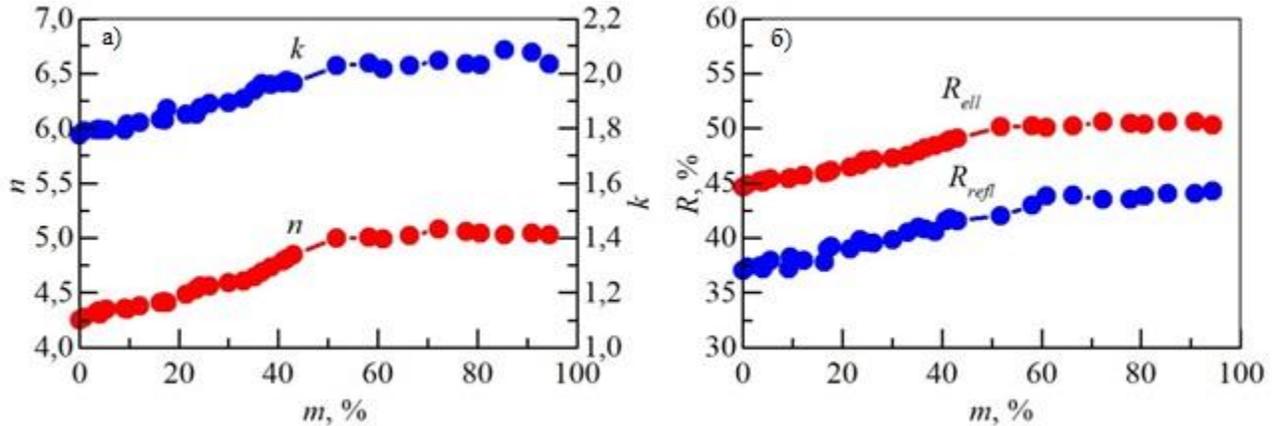


Рис. 25. Залежності оптичних констант  $n$  і  $k$  (а), а також нормального коефіцієнта відбиття  $R$  (б) від кількості води  $m$  у зразку S4

З рис. 24 видно, що при зміні маси води  $m$  від 0 до  $\sim 60\%$  еліпсометричні параметри монотонно та майже лінійно (показано прямими лініями) змінюються на  $\sim 2^\circ$  ( $\Psi$ ) та  $\sim 3^\circ$  ( $\Delta$ ). Це призводить до монотонної зміни оптичних констант на  $\sim 1,7$  ( $n$ ) і  $\sim 0,3$  ( $k$ ) у цьому діапазоні  $m$  (рис. 25, а)). При  $m > 60\%$  еліпсометричні параметри (і, відповідно, оптичні константи) залишаються практично постійними. Коефіцієнт відбиття також монотонно зростає з ростом  $m$  (рис. 25, б)). Слід зазначити, що в усьому діапазоні  $m$  експериментальне значення коефіцієнта відбиття  $R_{refl}$  (рис. 25, б), синя лінія) приблизно на  $6\div 7\%$  менше, ніж  $R_{ell}$ , розраховане за даними еліпсометрії (рис. 25, б), червона лінія). Цей ефект обговорювався в роботі неодноразово, і пояснюється тим, що рефлектометрія набагато чутливіша, за еліпсометрію, до розсіювання зондуючого випромінювання шорсткою поверхнею. Тому, якщо шорсткість значна, дані рефлектометрії нижчі, ніж оцінки за даними еліпсометрії.

Для зв'язку пористості та вологості гранул з їх оптичними константами було використано трикомпонентне наближення ефективного середовища Бругемана:

$$f_c \frac{\varepsilon_c - \varepsilon_g}{\varepsilon_c + 2\varepsilon_g} + f_a \frac{\varepsilon_a - \varepsilon_g}{\varepsilon_a + 2\varepsilon_g} + f_w \frac{\varepsilon_w - \varepsilon_g}{\varepsilon_w + 2\varepsilon_g} = 0, \quad (5)$$

де  $\varepsilon_g$  – ефективна діелектрична проникність гранул;  $\varepsilon_c$ ,  $\varepsilon_a$ ,  $\varepsilon_w$  – діелектричні проникності вугілля, повітря та води, відповідно;  $f_c$ ,  $f_a$ ,  $f_w$  – їх об'ємні частки в гранулах ( $f_c + f_a + f_w = 1$ ).

Для одночасної оцінки пористості та вологості гранул активованого вугілля необхідно мати принаймні два (або краще більше) незалежних вимірювання еліпсометричних параметрів для зразків з однаковою вологістю та пористістю. У даному випадку вимірювання під різними кутами падіння використовували у якості незалежних вимірювань. У результаті була отримана перевизначена система з  $N=9$  рівнянь та двома невідомими ( $f_c$  і  $f_w$ ), яка розв'язувалася методом найменших квадратів:

$$\sum_{i=1}^N [(\Psi_i - \Psi_{calc}(f_c, f_w, \theta_i))^2 + (\Delta_i - \Delta_{calc}(f_c, f_w, \theta_i))^2] \rightarrow \min_{f_c, f_w}, \quad (6)$$

де  $\Psi_i$  та  $\Delta_i$  – експериментальні значення параметрів еліпсометрії при куті падіння  $\theta_i$ ,  $\Psi_{\text{calc}}$  та  $\Delta_{\text{calc}}$  – розрахункові для кожного  $\theta_i$ .

$\Psi_{\text{calc}}(f_c, f_w)$  і  $\Delta_{\text{calc}}(f_c, f_w)$  в (6) обчислюються згідно з наступним алгоритмом. Спочатку задаються значення  $f_c$  і  $f_w$  (крок 1). Далі, з рівняння (5) знаходиться ефективна діелектрична проникність  $\varepsilon_g$  окремої гранули (крок 2). Далі, використовуючи вже відомі залежності  $q(\theta)$ , розраховується кутова залежність ефективної діелектричної проникності  $\varepsilon_s(\theta)$  зразка в цілому за рівнянням (1) (крок 3). На кроці 4, обчислюються  $\Psi_{\text{calc}}$  і  $\Delta_{\text{calc}}$  для кожного кута падіння  $\theta_i$ .

Результати підгонки  $f_c$  і  $f_w$  для гранул АС2 і АС4 наведені в табл. 4. Видно, що середні похибки ( $\delta\Psi$  і  $\delta\Delta$ ) менші за похибку експерименту. Рішення задачі (6) також наведено в табл. 4 разом із даними виробників щодо пористості ( $P_{\text{ref}}$ ). Для обох зразків отримана пористість збігається з даними виробників.

Таблиця 4

Результати вирішення задачі (6)

Зразок	$(1 - f_c)$	$P_{\text{ref}}$	$f_w$	$\delta\Psi$	$\delta\Delta$
S4	0.732	0.71-0.75	0.416	0.016	0.033
S2	0.729	0.68-0.74	0.408	0.011	0.034

Важливо зазначити, що отримане значення об'ємного вмісту вологи по даним еліпсометрії,  $f_w \approx 0,4$ , для обох зразків означає, що 56% об'єму пор у зразках становить АС4 та АС2 зайняті вологою. Висока оцінка вологості, отримана з еліпсометричних вимірювань в кімнатних умовах, пов'язана з особливостями розподілу вологи в зразках через структуру поверхневого шару. Високий вміст вологи в поверхневому шарі також підтверджується високими значеннями концентрації кисню. Загалом дослідження демонструє, що терагерцову еліпсометрію можна використовувати для одночасного визначення пористості та вмісту вологи в поверхневому шарі гранул активованого вугілля.

## ВИСНОВКИ

На основі сукупності отриманих у роботі теоретичних, методичних та експериментальних результатів сформульовано такі узагальнені висновки:

1. Створено фізичні основи для застосування оптичних і терагерцевих методів, зокрема еліпсометрії, для системного дослідження структури та функціональних властивостей матеріалів ядерно-енергетичного призначення, що зазнали радіаційного, термомеханічного та електрофізичного впливів. Розроблено комплекс еліпсометричних і фізичних моделей поверхні, які дозволяють проводити діагностику як об'ємних, так і приповерхневих шарів перспективних конструкційних матеріалів у широкому спектральному діапазоні - від оптичного до терагерцевого.
2. Вперше експериментально встановлено стабілізуючу роль рекристалізації W-IG щодо морфологічної еволюції його поверхні під дією факторів ITER. Показано, що рек-

ристалізований стан забезпечує сталість структурних і фізичних характеристик матеріалу, тоді як нерекристалізований W-IG зазнає інтенсивної ерозії, що призводить до значної деградації його фізичних властивостей.

3. Запропоновано та науково обґрунтовано фізичні механізми деградації поверхні вольфраму технічної чистоти (W-IG) в умовах, релевантних до експлуатаційних факторів ITER, що призводять до формування двомасштабної шорсткості поверхні. Розроблено узагальнені фізичні моделі поверхні, які пояснюють принципово різну чутливість методів еліпсометрії та рефлектометрії до шорсткостей різного просторового масштабу та забезпечують коректну інтерпретацію експериментальних оптичних даних.

4. Доведено, що W-IG характеризується підвищеною радіаційною стійкістю, що обґрунтовує його доцільність використання у якості матеріалу для першої стінки та перших дзеркал термоядерних установок. Встановлено зв'язок між дозою радіаційного опромінення та змінами комплексу оптичних характеристик W-IG та W-IG, що створює фізично обґрунтовану основу для прогнозування деградації оптичних властивостей дзеркал залежно від накопиченої дози опромінення в умовах експлуатації ITER.

5. Встановлено закономірності впливу ступеня деформації при низькотемпературній КГЕ на процеси структуроутворення та формування електромеханічних властивостей дисперсійно-зміцненого сплаву CuCrZr. Показано, що КГЕ індукує формування анізотропної волокнистої структури металевої матриці та вторинних фаз, що зумовлює виражену анізотропію властивостей матеріалу. Уперше експериментально виявлено інтервал деформації ( $\epsilon_e = 40\text{--}48\%$ ), у межах якого спостерігається стрибкоподібна зміна комплексу структурно-фізичних параметрів. Для інтерпретації цього ефекту запропоновано та обґрунтовано фізичний механізм, який полягає в одночасному протіканні двох конкуруючих процесів: динамічного старіння, пов'язане з активацією дифузійних процесів за умов деформації, та стрибкоподібного зростання концентрації дефектів кристалічної ґратки матриці в діапазоні  $\epsilon_e = 40\text{--}48\%$ , що призводить до різкої перебудови її мікроструктури й властивостей.

6. Встановлено закономірності структуроутворення дисперсійно-зміцненого сплаву CuCrZr за умов комбінованої інтенсивної пластичної деформації, що включає РККП та подальшу КГЕ. Доведено, що РККП істотно впливає на кінетику розпаду пересиченого твердого розчину, формуючи анізотропний розподіл вторинних фаз і визначаючи механізми перерозподілу легуючих елементів під час подальшого термічного старіння та КГЕ. Показано, що поєднання РККП і КГЕ за температури 77 K забезпечує формування структурного стану з підвищеною радіаційною стійкістю за одночасного збереження високих електромеханічних характеристик, що визначає перевагу режиму обробки порівняно з іншими методами термомеханічної обробки.

7. Розроблено та створено оригінальний спектральний терагерцовий еліпсометр-рефлектометр на основі порожнистого діелектричного променеводу. Створено систему керування приладом і спеціалізоване програмне забезпечення, що забезпечує автоматизацію вимірювань і розширює функціональні можливості терагерцової діагностики складних поверхонь і матеріалів.

8. Вперше введено та науково обґрунтовано поняття «локалізований дефект» у якості базового структурного елементу нової фізичної моделі поверхні твердого тіла, що дозволило коректно інтерпретувати еліпсометричні експериментальні дані, отримані при дослідженні сплаву CuCrZr. Адекватність запропонованої моделі експериментально доведено методом масштабного моделювання за допомогою терагерцевої еліпсометрії. Показано, що застосування даного методу забезпечує фізично обґрунтоване пояснення аномальних кутових залежностей еліпсометричних параметрів і дозволяє пояснити принципові розбіжності між результатами еліпсометрії та рефлектометрії для поверхонь із локалізованими дефектами.

9. Вперше системно досліджено потенціал багатокуткової терагерцевої еліпсометрії як неруйнівного методу діагностики функціональних покриттів, сформованих методом мікродугового оксидування. Обґрунтовано доцільність застосування саме терагерцевого діапазону, що зумовлено, з одного боку, значно більшою довжиною хвилі порівняно з характерними масштабами шорсткості сформованих покриттів, а з іншого - їхньою високою прозорістю в ТГц діапазоні. Показано принципову обмеженість традиційних багатосферних планарних моделей для опису таких систем і вперше запропоновано кускову одношарову модель поверхні, яка забезпечує фізично адекватний опис експериментальних еліпсометричних даних для покриттів із градієнтним розподілом оптичних властивостей. Розроблений метод може використовуватись для дослідження широкого класу систем типу «діелектричне покриття на металевій підкладці».

10. Вперше розроблено експрес-метод, на основі терагерцевої еліпсометрії, визначення пористості та вологості гранул активованого вугілля, що застосовуються у системах фільтрації повітря АЕС. Розроблено оригінальні методики експерименту та аналітичної обробки даних. Вперше запропоновано модель ефективного середовища зі змінним фактором екранування  $q(\theta)$ , яка враховує анізотропію, зумовлену геометрією зразка. Розроблений метод може використовуватись для дослідження властивостей та складу широкого класу пористих матеріалів.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗДОБУВАЧА ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

### Наукові праці, у яких опубліковані основні наукові результати:

1. Belyaeva, A. I. Simultaneous impact of neutron irradiation and sputtering on the surface structure of self-damaged tungsten / A. I. Belyaeva, A. A. Savchenko, A. A. Galuza, **I. V. Kolenov** // AIP Advances. 2014. Vol. 4. 077121. **Q2** (Дисертант приймав участь в проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
2. Belyaeva, A. I. Effect of quasi-hydrostatic extrusion on microhardness in CuCrCr alloy / A. I. Belyaeva, A.A. Galuza, P.A. Khaimovich, **I.V. Kolenov**, A.A. Savchenko, I.V. Ryzhkov, A.F. Shtan', S.I. Solodovchenko, N.A. Shulgin // Probl. Atomic Sci. Technol., Ser. Plasma Phys. 2015. No. 1 (95). P. 170–173. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).

3. Belyaeva, A.I. Quasioptical scale modeling of the influence of metal surface localized defects based on the optical ellipsometry data / A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, **I.V. Kolenov**, V.K. Kiseliov, A.A. Savchenko, E.M. Kuleshov, S.Yu. Serebiansky // Telecommunications and Radio Engineering. 2015. No. 74 (2). P. 171–181. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проводив експериментальні дослідження, обробляв експериментальні дані, приймав участь в обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
4. Belyaeva, A. I. Role of Recrystallization of Tungsten in Formation of a Roughness of Its Surface Under Influence of Successive Action of Neutrons and Sputtering / A. I. Belyaeva, O. A. Galuza, A. O. Savchenko, **I. V. Kolenov** // Metallofiz. Noveishie Tekhnol. 2016. T. 38, № 8. С. 1077–1102. **Q3** (Дисертант приймав участь в проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
5. Belyaeva, A. I. Effect of Various Kinds of Severe Plastic Deformation on the Structure and Electromechanical Properties of Precipitation-Strengthened CuCrZr Alloy / A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, P. A. Khaimovich, **I. V. Kolenov**, A. A. Savchenko, S. I. Solodovchenko, N. A. Shul'gin // Phys. Met. Metallogr. 2016. Vol. 117, No. 11. P. 1170–1178. **Q2** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
6. Belyaeva, A. I. Anisotropy of structure and strength properties of high-temperature Cu-Cr-Zr composite, induced by equal-channel angular pressing / A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, **I. V. Kolenov**, S. N. Faizova, G. I. Raab, I. A. Faizov // J. Nano-Electron. Phys. 2016. Vol. 8, No. 4(2). 04082 (6 pp). DOI: 10.21272/jnep.8(4(2)).04082. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
7. Galuza, A. A. Developments in THz-Range Ellipsometry: Quasi-Optical Ellipsometer / A.A. Galuza; V.K. Kiseliov; **I.V. Kolenov**; A.I. Belyaeva; Y.M. Kuleshov // IEEE Trans. Terahertz Sci. Technol. 2016. Vol. 6, No. 2. P. 183–190. **Q1** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, приймав участь в створенні квазіоптичної схеми приладу та системи автоматизації, проводив експериментальні дослідження, приймав участь в обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
8. Belyaeva, A. I. Thermal grain boundary grooves formation in tungsten under recrystallization / A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, **I. V. Kolenov**, A. A. Savchenko // Probl. At. Sci. Technol. 2017. № 2. P. 38–43. **Q3** (Дисертант приймав участь в проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
9. Belyaeva, A. I. Surface energy anisotropy for the low-index crystal surfaces of the textured polycrystalline bcc tungsten: experimental and theoretical analysis / A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, A. A. Savchenko, **I. V. Kolenov** // Probl. At. Sci. Technol. 2017. № 5. P. 14–20. **Q3** (Дисертант приймав участь в проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
10. Savchenko, A. A. The role of surface energy anisotropy in the formation of a stepped relief of polycrystalline W under sputtering with Ar ions / A. A. Savchenko, A. A. Galuza, A. I.

- Belyaeva, I. V. **Kolenov** // J. Appl. Phys. 2019. Vol. 125. 065307. DOI: 10.1063/1.5081788. **Q2** (Дисертант приймав участь в проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
11. Дзюбенко, М.И. Лазер на эрбиевом стекле с диодной накачкой / М.И. Дзюбенко, В.П. Пелипенко, **И.В. Коленов**, Н.Ф. Дахов // Радиотехника. 2019. No. 199. С. 104–109. (Дисертант приймав участь в створенні системи керування лазером, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
12. Dzubenko, M.I. Pulse power supply unit with microcontroller control for a laser diode array pumped erbium-ytterbium laser / M.I. Dzubenko, **I.V. Kolenov**, V.P. Pelipenko, N.F. Dakhov, A.A. Galuza // Telecommunications and Radio Engineering. 2020. Vol. 79, No. 10. P. 891–902. DOI: 10.1615/TelecomRadEng.v79.i10.60. **Q3** (Дисертант приймав участь в розробці схемотехніки та програмного забезпечення блоку живлення, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
13. Dzyubenko, M.I. Transmission of Terahertz Radiation Through One-Dimensional Wire Gratings at Different Angles of Incidence / M.I. Dzyubenko, S.A. Masalov, Yu.E. Kamenev, **I.V. Kolenov**, V.P. Pelipenko, V.P. Radionov, N.F. Dahov // Radio Phys. Radio Astron. 2020. Vol. 25, No. 3. P. 240–246. DOI: 10.15407/rpra25.03.240. (Дисертант приймав участь в створенні макету для проведення досліджень, системи керування установкою, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
14. Дзюбенко, М.И. Імпульсне джерело живлення твердотільних лазерів з діодним накачуванням / М.И. Дзюбенко, **И.В. Колєнов**, В.П. Пелипенко, М.Ф. Дахов // Радиотехника. 2020. No. 201. С. 186–193. DOI: 10.30837/rt.2020.2.201.18. (Дисертант приймав участь в розробці схемотехніки та програмного забезпечення блоку живлення, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
15. Belyaeva, A. Effect of Barocryodeformation Degree at 77 K on the Precipitation Structure in CuCrZr Alloy / A. Belyaeva, **I. Kolenov**, P. Khaimovich, A. Galuza, A. Savchenko // Lecture Notes in Mechanical Engineering. 2021. P. 271–281. **Q4** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
16. Belyaeva, A. Developments in Terahertz Ellipsometry: Portable Spectroscopic Quasi-Optical Ellipsometer-Reflectometer and Its Applications / A. Belyaeva, A. Galuza, **I. Kolenov**, S. Mizrakh // J. Infrared Millim. Terahertz Waves. 2021. Vol. 42, No. 2. P. 130–153. **Q2** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, створенні квазіоптичної схеми приладу та системи автоматизації, проводив експериментальні дослідження, приймав участь в обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
17. Dzyubenko, M.I. Employment of gradient metal-film output mirrors in terahertz discharge lasers / M.I. Dzyubenko, S.O. Masalov, Y.E. Kamenev, **I.V. Kolenov**, V.P. Radionov, N.F. Dakhov, A.I. Puzak, O.I. Dmitruk // Radiofiz. elektron. 2021. Vol. 26, No. 4. P. 28–33. DOI: 10.15407/rej2021.04.028. (Дисертант приймав участь в створенні макету для проведення досліджень, системи керування установкою, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).

18. Galuza, A. Investigation of micro-arc oxidation coatings using sub-THz ellipsometry / A. Galuza, **I. Kolenov**, D. Vinnikov, S. Mizrakhy, A. Savchenko // *Materials Characterization*. 2022. Vol. 189. 111930. **Q1** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, підготовці зразків до досліджень, проводив експериментальні дослідження, приймав участь в обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
19. Tikhonovsky, M. A. Developments in cryodeformation: upsetting under all-round compression / M. A. Tikhonovsky, P. A. Khaimovich, **I. V. Kolenov**, N. A. Shul'gin, V. S. Okovit // *Low Temp. Phys.* 2022. Vol. 48. P. 264. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, розробці оснастки для проведення осадки, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
20. Belyaeva, A. I. Effect of low-temperature quasihydroextrusion on the structure and physical properties of CuCrZr alloy / A. I. Belyaeva, P. A. Khaimovich, A. A. Galuza, **I. V. Kolenov**, A. A. Savchenko // *Low Temp. Phys.* 2023. Vol. 49 (2). P. 238–247. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проведенні експериментальних досліджень, обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
21. Haluza, O. Scale Modeling of the Influence of Multiple Localized Defects of Metal Surface on Optical Ellipsometry Results / O. Haluza, **I. Kolenov**, I. Gruzdo // *East European J. Phys.* 2024. No. 4. P. 334–340. DOI: 10.26565/2312-4334-2024-4-38. **Q3** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, проводив експериментальні дослідження, обробляв експериментальні дані, приймав участь в обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
22. Azarenkov, M. Thermographic method of activated carbon packing quality diagnostics in NPP air filters / M. Azarenkov, V. Lytvynenko, **I. Kolenov**, O. Haluza, A. Chupikov, V. Sokolenko, O. Roskoshna, M. Kanishcheva, V. Shatov // *East European J. Phys.* 2024. Vol. 2024 (1). P. 398–404. **Q3** (Дисертант проводив теоретичні дослідження, обробляв експериментальні дані, приймав участь в обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
23. Haluza, O. Determination of Porosity and Moisture Content of Granular Activated Carbon Using Sub-Thz Ellipsometry / O. Haluza, **I. Kolenov**, V. Sokolenko, V. Lytvynenko, I. Gruzdo // *J. Infrared Milli Terahz Waves*. 2025. Vol. 46, No. 10. DOI: 10.1007/s10762-024-01029-1. **Q2** (Дисертант приймав участь в поставленні задач дослідження, підготовці зразків до досліджень, проводив експериментальні дослідження, приймав участь в обробці експериментальних даних, обговоренні та узагальненні наукових результатів, розробці наукових положень).
- Наукові праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:**
24. Belyaeva, A.I. Effect of the grain size of the precipitate distribution of the precipitate-strengthened CuCrZr alloy / A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, P.A. Khaimovich, **I.V. Kolenov**, A.A. Savchenko, I.V. Ryzhkov, A.F. Shtan', S.I. Solodovchenko, N.A. Shulgin. // *Plasma Phys. and Controlled Fusion: Int. Conf.-School, Book of Abstracts*, Kharkiv, 2014. P. 56.
25. Беляева, А. И. Особенности формирования термических канавок на поверхности вольфрама при рекристаллизации / А. И. Беляева, **И. В. Коленов**, А. А. Савченко, П. Л. Вейцман // *Физические явления в твердых телах: материалы XII Междунар. конф.*, Харьков, 2015. С. 80.

26. Belyaeva, A. I. Anisotropy of structure and properties of high-temperature strength CuCrZr alloy processed by ECAP / A. I. Belyaeva, **I. V. Kolenov**, A. A. Savchenko, P. L. Veitsman // Physical Phenomena in Solids: Materials XII Int. Conf., Kharkiv, 2015. P. 93.
27. Galuza A.A. THz modeling of influence of parallelepiped surface defects on optical ellipsometry measurements / A.A. Galuza, A. I. Belyaeva, **I. V. Kolenov** // Proc. 9th Int. Kharkov Symp. Phys. Eng. Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves, Kharkiv, Ukraine, 2016. P. 1 - 4.
28. Belyaeva, A. I. Trends in sputtering: surface energy anisotropies / A. I. Belyaeva, A. A. Galuza, A. A. Savchenko, **I. V. Kolenov** // Problems of modern nuclear power: abstr. XIII Int. Sci. and Tech. Conf., Kharkiv, 2017. P. 21.
29. Беляева, А.И. Влияние квазигидроэкструзии на механические свойства и радиационную стойкость хром-циркониевой бронзы / А.И. Беляева, А.А. Галуза, **И.В. Колонов**, А.А. Савченко, П.А. Хаймович, Н.А. Шульгин, С.И. Солодовченко, И.В. Рыжков, А.Ф. Штань // Проблемы современной ядерной энергетике: материалы XIII Междунар. науч.-техн. конф., Харьков, 2017. С. 60–61.
30. Galuza, A. Spectral quasi-optical terahertz ellipsometer / A. Galuza, A. Belyaeva, **I. Kolenov**, S. Mizrakhy // Proc. IEEE First Ukraine Conf. Electrical and Computer Eng., Kyiv, 2017. P. 118–122.
31. Galuza, A. Influence of parallelepiped surface defects on terahertz and optical ellipsometry measurements / A. Galuza, A. Belyaeva, **I. Kolenov** // Proc. IEEE First Ukraine Conf. Electrical and Computer Eng., Kyiv, 2017. P. 67–70.
32. Belyaeva, A. I. Effect of deformation degree under quasihydroextrusion at 77K on the structure and properties of CuCrZr alloy / A.I. Belyaeva, P.A. Khaimovich, A.A. Galuza, **I.V. Kolenov**, A.A. Savchenko, N.A. Shul'gin // Physical Phenomena in Solids: Theses XIV Int. Conf., Kharkiv, 2019. P. 89.
33. Дзюбенко, М.І. Імпульсне джерело живлення лазерних світлодіодних лінійок для накачування ербієвого лазера / М.І. Дзюбенко, **І.В. Колонов**, В.П. Пилипенко, М.Ф. Дахов // XV міжнародна наукова конференція Харківського національного університету Повітряних сил імені Івана Кожедуба «Новітні технології для захисту повітряного простору», Харків, Україна, 10-11 квітня, 2019.
34. Дзюбенко, М.І. Ербієвий лазер з діодною накачкою і модульованою добротністю / М.І. Дзюбенко, **І.В. Колонов**, В.П. Пилипенко, М.Ф. Дахов // XV міжнародна наукова конференція Харківського національного університету Повітряних сил імені Івана Кожедуба «Новітні технології для захисту повітряного простору», Харків, Україна, 10-11 квітня, 2019. – С.503.
35. Дзюбенко, М.І. Безпечний для зору лазерний далекомір / М.І. Дзюбенко, **І.В. Колонов**, В.П. Пилипенко, М.Ф. Дахов. // «Створення та модернізація озброєння і військової техніки в сучасних умовах» Збірник XIX науково-технічної конференції, м.Чернігів, Україна, 5-6 вересня 2019. – С.83.
36. Belyaeva, A. I. Influence of Pit-Type Localized Defects on the Optical Ellipsometry and Reflectometry Data: Quasi-optical Scale Modeling / A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, **I.V. Kolenov**,

- A.A. Savchenko // 2019 IEEE 2nd Ukraine Conf. Electrical and Computer Engineering, Lviv, Ukraine. 2019. P. 56–60.
37. Dzyubenko, M. Properties of One-Dimensional Metal Gratings at Inclined Incidence of Terahertz Radiation / M. Dzyubenko, V. Radionov, S. Masalov, Yu. Kamenev, **I. Kolenov**, V. Pelipenko, N. Dakhov // Proc. IEEE 10th Int. Kharkiv Symp. Phys. Eng. Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (MSMW), Kharkiv, 2020. P. 893–896. DOI: 10.1109/UkrMW49653.2020.9252644.
38. **Коленов, И.** Расширение возможностей криодеформирования при всестороннем сжатии / **И. Коленов**, П. Хаймович, М. Тихоновский, Н. Шульгин, А. Левенец // Високочисті матеріали : матеріали доповідей 6-ї Міжнар. конф., Харків, 2021.
39. **Kolenov, I.** Influence of Contamination with Silicone Release Agent on the Ellipsometric Parameters of CFRP Surface in the Sub-THz Range / **I. Kolenov**, A. Galuza, A. Belyaeva, S. Mizrakhy, P. Nesterov, A. Savchenko // 2021 IEEE 3rd Ukraine Conf. on Electrical and Computer Engineering (UKRCON). 2021. P. 56–59. DOI: 10.1109/UKRCON53503.2021.9575665.
40. Vinnikov, D. Plasma Electrolytic Oxidation of Al: Structure and Properties of Coatings / D. Vinnikov, V. Yuferov, **I. Kolenov**, S. Mizrakhy, I. Vysekantsev, I. Buriak // 2021 IEEE 3rd Ukraine Conf. Electrical and Computer Eng. (UKRCON). 2021. P. 478–481. DOI: 10.1109/UKRCON53503.2021.9575341.
41. Galuza, A. Influence of the parallelepiped form localized defects on ellipsometry data: scale modeling / A. Galuza, **I. Kolenov**, A. Savchenko // Multiscale Phenomena in Condensed Matter: Online conference for young researchers, Kraków, 5–7 July 2021.
42. Khaimovich, P. A. Cryodeformation of Metals under All-Around Compression / P. A. Khaimovich, **I. V. Kolenov**, S. B. Sapozhkov // AIP Conf. Proc. 2022. Vol. 2486. 030014.
43. Galuza, A.A. Non-destructive testing of MAO alumina coatings using sub-THz ellipsometry / A.A. Galuza, **I.V. Kolenov**, D.V. Vinnikov, S.V. Mizrakhy // XIX Int. Sci. Conf. Electronics and Applied Physics (APHYS), Kyiv, Ukraine, 2023.

## АНОТАЦІЯ

Коленов І.В. Фізичні основи еліпсометричної діагностики змін структури і властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення і термомеханічної обробки – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 «Фізика твердого тіла». – Інститут електрофізики і радіаційних технологій НАН України, м. Харків, 2026.

У роботі розвинено фізичні основи оптичних і терагерцових методів діагностики структури та властивостей матеріалів ядерної енергетики після опромінення, термомеханічної та електрофізичної обробки. Показано, що оптична еліпсометрія забезпечує високу чутливість до радіаційно-індукованих перетворень, зокрема на початкових стадіях, тоді як терагерцова еліпсометрія може використовуватися як самостійний або верифікаційний метод діагностики.

У дисертаційній роботі сформульовано та науково обґрунтовано нові методологічні підходи до інтерпретації експериментальних даних, отриманих оптичними та терагерцовими методами, з урахуванням складних дефектних структур поверхні. Розроблено фізично обґрунтовані моделі поверхні, експериментально верифіковані методами оптичної та терагерцової еліпсометрії. Крім того, створено апаратну платформу (приладову базу) для практичної реалізації розроблених діагностичних методик щодо матеріалів термоядерної енергетики та інших високотехнологічних застосувань.

Ключові слова: рефлектометрія, еліпсометрія, терагерцова еліпсометрія, ITER grade W, Cu–Cr–Zr, дисперсійне зміцнення, інтенсивна пластична деформація, рівноканальне кутове пресування, квазігідроекструзія, мікроплазмове оксидування, активоване вугілля.

## SUMMARY

Kolenov I.V. Physical principles of ellipsometric diagnostics of changes in the structure and properties of prospective nuclear facility materials under the influence of irradiation and thermomechanical processing - Qualifying scientific thesis on the rights of a manuscript.

Thesis for the degree of Doctor of Sciences in Physics and Mathematics: specialty 01.04.07 - 'Solid State Physics'. Institute of Electrophysics and Radiation Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kharkiv, 2026.

The work develops the physical foundations of ellipsometric methods for diagnosing the structure and properties of nuclear energy materials after irradiation, thermomechanical, and electrophysical processing. It is shown that optical ellipsometry provides high sensitivity to radiation-induced transformations, including their initial stages, while terahertz ellipsometry can be used as an independent or verification diagnostic method.

The modification of the surface structure and optical properties of two types of tungsten (W-IG and W-rc) under exposure to factors simulating ITER operating conditions (sequential irradiation by neutrons and charge-exchange atoms) was experimentally studied. It is shown that recrystallization of W-IG leads to stabilization of its surface structure and, consequently, its optical characteristics. Comprehensive studies of radiation-induced surface transformations made it possible to clarify the physical mechanisms of erosion under ITER-relevant conditions and to develop rough-surface models. A model describing the existence of two types of surface roughness in W-IG and their modification upon recrystallization has been substantiated.

The influence of the deformation degree during low-temperature quasihydroextrusion on the structure and electromechanical properties of the CuCrZr alloy was investigated. The effect of quasihydroextrusion at room temperature (300 K) and liquid nitrogen temperature (77 K) on the formation of the structure of the precipitation-strengthened CuCrZr alloy was studied. It is shown that quasihydroextrusion and equal-channel angular pressing significantly affect the kinetics of decomposition of the supersaturated solid solution and determine the distribution and morphology of precipitates. It is also demonstrated that the applied severe plastic deformation (SPD) methods lead to the formation of a pronounced anisotropic (fiber-like) structure of the matrix and secondary-phase inclusions oriented along the extrusion direction, resulting in anisotropy of the material properties. It is shown that SPD substantially improves the strength characteristics and sputtering resistance of the CuCrZr alloy while maintaining relatively high electrical conductivity. A physical surface model based on SEM, ellipsometry, and reflectometry data is proposed, which adequately explains the experimental ellipsometric results.

The design and operating principle of a portable terahertz spectroscopic ellipsometer-reflectometer based on a hollow dielectric waveguide with a diameter of 20 mm are described. It is shown that the ultra-wideband quasi-optical transmission line ensures operation in the fre-

quency range 0.1-1 THz. The instrument was tested. The measurement accuracy of the ellipsometric parameters was determined to be approximately  $0.05^\circ$  for  $\Psi$  and  $0.1^\circ$  for  $\Delta$ . The accuracy of the reflectance coefficient measurement is about 0.1%.

The results of scale modeling of the influence of various defect types on ellipsometric parameters obtained using a sub-terahertz quasi-optical ellipsometer in the millimeter-wave range are presented. These data significantly complement and explain systematic studies of the effect of surface defects in strongly absorbing materials on optical measurement results.

A diagnostic method for highly rough coatings produced by micro-plasma oxidation (MPO) using sub-THz ellipsometry has been developed. A piecewise single-layer surface model is proposed for more adequate processing of ellipsometric data and determination of coating parameters.

An original approach to the application of terahertz ellipsometry as an express method for studying the characteristics (porosity and moisture content) of activated carbon granules used in nuclear power plant ventilation systems has been developed. To calculate the effective optical constants of activated carbon granules, an effective medium model with a variable screening factor  $q(\theta)$  is proposed and physically substantiated, allowing the anisotropy of the sample caused by its geometry to be taken into account. The study demonstrates that terahertz ellipsometry can be used for the simultaneous determination of porosity and moisture content in the surface layer of activated carbon granules.

Keywords: reflectometry, ellipsometry, terahertz ellipsometry, ITER grade W, Cu-Cr-Zr, precipitation strengthening, severe plastic deformation, equal-channel angular pressing, quasihydroextrusion, micro-plasma oxidation, activated carbon.