

О РЕЗУЛЬТАТАХ ВЫПОЛНЕНИЯ ПРОЕКТА «IN SITU МЕТОДЫ СИНХРОТРОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ МНОГОСЛОЙНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР С УНИКАЛЬНЫМИ ПАРАМЕТРАМИ И СВОЙСТВАМИ, СОЗДАНЫХ МЕТОДОМ ПУЧКОВО-ПЛАЗМЕННОЙ ИНЖЕНЕРИИ ПОВЕРХНОСТИ»

А.Д. Тересов, В.В. Денисов, Н.Н. Коваль, Н.А. Ратахин, А.Н. Шмаков
Институт сильноточной электроники СО РАН, 634055,
пр. Академический 2/3, Томск 634055, Россия, tad514@yandex.ru,
volodyadenisov@yandex.ru, koval@hcei.tsc.ru, ratakhin@hcei.tsc.ru, highres@mail.ru

В докладе представлена информация о ходе реализации проекта, включая наиболее важные научные результаты, полученные с использованием синхротронного излучения, описание объектов инфраструктуры, создаваемых для проведения синхротронных исследований, а также о ходе образовательной составляющей проекта. Полученные приоритетные результаты в области закономерностей синтеза структур на поверхности конструкционных и функциональных материалов являются необходимым заделом для проведения дальнейших исследований.

Ключевые слова: синхротронное излучение; многослойные покрытия; in situ диагностика; нитрид; оксид; вакуумно-дуговое напыление; магнетронное распыление; РФА анализ.

ON THE RESULTS OF THE PROJECT «IN SITU METHODS OF SYNCHROTRON INVESTIGATIONS OF MULTILAYER FUNCTIONAL STRUCTURES WITH UNIQUE PARAMETERS AND PROPERTIES CREATED BY THE METHOD OF BEAM-PLASMA SURFACE ENGINEERING»

Anton Teresov, Vladimir Denisov, Nikolay Koval, Nikolay Ratakhin, Aleksandr Shmakov
Institute of High Current Electronics SB RAS, 2/3 Akademicheskoy Ave., 634055 Tomsk, Russia,
tad514@yandex.ru, volodyadenisov@yandex.ru, koval@hcei.tsc.ru,
ratakhin@hcei.tsc.ru, highres@mail.ru

Accelerating the process of creating of new materials with unique properties is possible only by combining the efforts of scientific, educational and industrial organizations, as well as using tools that contribute to solving fundamental problems facing both the scientific community of Russia and the whole world. It is known that in most cases of using materials in extreme conditions, it is the surface that determines their functional properties and, as a result, the service life of products as a whole. A multiple reduction in the time of development and implementation of new materials, methods and equipment for their production on the territory of the Russian Federation is possible with the use of the most modern methods and techniques of synchrotron research. A consortium of nine organizations since October 2021, have been implementing a project within the framework of the Federal Scientific and Technical program for the development of synchrotron and neutron research and research infrastructure for 2019 - 2027 which focused on creating infrastructure and developing methods for synchrotron and neutron research of structural and functional materials. The report provides information on the progress of the project, including the most important scientific results obtained using synchrotron radiation, a description of the infrastructure facilities being created for synchrotron research, as well as the progress of the educational component of the project.

Keywords: synchrotron radiation; multilayer coatings; in situ diagnostics; nitride; oxide; vacuum-arc deposition; magnetron sputtering; XRF analysis.

Введение

Среди методов создания функциональных покрытий на поверхности наиболее интенсивно развиваются методы элект-

родугового осаждения [1] и магнетронного распыления [2], которые взаимодействуют друг друга. Исследования модифицированных материалов и покрытий

рентгеновскими дифракционными методами являются одним из самых распространенных и относительно простых способов в плане пробоподготовки и получении результатов для определения качественного и количественного фазового состава, напряжений первого порядка и размера областей когерентного рассеяния (ОКР) объемных материалов, тонких слоев и покрытий. Все исследования проводятся *ex-situ* на образцах при комнатной температуре, когда все процессы фазообразования завершены. Для процессов формирования поликристаллических покрытий относительно простых систем, таких как TiN, ZrN, CrN и др., более сложных TiAlN, CrAlN, ZrAlN и т.д. и, тем более, высокоэнтропийных, нет прямых наблюдений того, как происходит формирование фаз, протекают фазовые превращения непосредственно во время роста покрытия.

Одним из перспективных методов выявления фазового состава и структуры покрытия во время роста (*in-situ*) является рентгенофазовый анализ с использованием синхротронного излучения. Его высокая яркость и интенсивность позволяют за единицы секунд получать информацию, достаточную для интерпретации фазового состава покрытий [3]. В то же время данный метод может быть применим именно для быстропротекающих процессов, таких как высокотемпературное окисление [4], трансформация фаз для материалов с памятью формы [5], азотирование [6] и др.

Использование *in-situ* методик позволяет значительно упростить разработку новых покрытий, упрощает и ускоряет исследование их свойств в зависимости от параметров и многократно ускоряет оптимизацию режимов осаждения для получения требуемых характеристик.

Данный доклад посвящен кратким результатам выполнения исследовательской программы (проекта) по теме «*In situ* методы синхротронных исследований многослойных функциональных структур с уникальными параметрами и свойствами,

созданных пучково-плазменной инженерией поверхности» в рамках Федеральной научно-технической Программы развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019 - 2027 годы. В выполнении работ по проекту участвуют девять организаций (ИСЭ СО РАН, ИФПМ СО РАН, НИ ТПУ, НИ ТГУ, ТУСУР (г. Томск), ИЯФ СО РАН (г. Новосибирск), ИЭФ УрО РАН (г. Екатеринбург), УУНиТ, «Технопарк-АТ» (г. Уфа).

Основная часть

В рамках работ по направлению синхротронных и нейтронных исследований (разработок), необходимых для решения принципиально новых фундаментальных и крупных прикладных задач были получены приоритетные результаты в области закономерностей синтеза структур на поверхности конструкционных и функциональных материалов, которые являются необходимым заделом для проведения дальнейших исследований, разработаны и внедрены несколько технологии изготовления и контроля качества изделий.

С использованием синхротронного излучения на каналах №2 и №6 источника СИ ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН) проведены исследования закономерностей влияния условий формирования на фазовый состав и микроструктуру синтезируемых многослойных (многофазных) и многоэлементных структур, включая нитридные, оксидные, карбидные и боридные покрытия, в том числе многоэлементные системы, пленки LiPON и плотные пленки кобальтита лантана-стронция на поверхности конструкционных и функциональных материалов. В процессе исследований использовались *in situ* методики исследований покрытий, синтезированных на модернизированных электронно-ионно-плазменных установках, на жаростойкость и термостабильность с использованием синхротронного излучения.

Выполненные исследования различных групп синтезированных материалов с ис-

пользованием синхротронного излучения позволили выявить важнейшие особенности влияния различных факторов на процесс фазообразования и их свойства. Для ряда структур и слоев определены режимы напыления, которые будут являться базовыми в процессе *in situ* исследований с использованием стенда ВЭИПС на канале источника СИ ВЭПП-3 на следующем этапе проекта.

В рамках выполнения работ по направлению создания сетевой синхротронной и нейтронной научно-исследовательской инфраструктуры на территории Российской Федерации были разработаны, изготовлены, запущены основные узлы стенда ВЭИПС, а также программное обеспечение, позволяющее реализовывать различные методы пучково-плазменной инженерии поверхности: плазменно-ассистированное вакуумно-дуговое напыление, магнетронное напыление, электронно-пучковую обработку, нанесение покрытий методом реакционного анодного испарения в дуге низкого давления.

В Томске на базе ИСЭ СО РАН и в Уфе на базе УУНИТ созданы Центры компетенций в области пучково-плазменной инженерии и синхротронных исследований, являющиеся частью сетевой синхротронной и нейтронной научно-исследовательской инфраструктуры на территории РФ. На базе ИСЭ СО РАН создана лаборатория методов синхротронных исследований (ЛМСИ), осуществляющая научно-методическую и научную деятельность в области методов синхротронных исследований и пучково-плазменной инженерии поверхности.

Разработано несколько методик исследования термостойкости многослойных наноструктурированных покрытий методом рентгенофазового анализа с использованием синхротронного излучения.

За время выполнения проекта подано более шести заявок на патент на изобретение и получено более пяти патентов.

Необходимо отметить, что полученные результаты будут способствовать опреде-

лению целей и задач для разработки технического задания на станцию «Поверхность» строящегося в г. Кольцово (Новосибирск, Россия) источника СИ ЦКП «СКИФ» поколения «4+».

В рамках выполнения работ по направлению подготовки специалистов в области разработки, проектирования и строительства источников синхротронного и нейтронного излучения, а также научных кадров для проведения синхротронных и нейтронных исследований в ИСЭ СО РАН была проведена Школа синхротронного излучения для студентов и молодых ученых (в рамках конгресса EFRE-2022, 29-30 сентября 2022 года, г. Томск, Россия).

На базе трёх томских ВУЗов (НИ ТПУ, НИ ТГУ, ТУСУР) организовано и реализовано обучение по трем разработанным в рамках проекта дополнительным профессиональным образовательным программам, по которым уже прошли обучение более 80 магистрантов, молодых ученых и специалистов.

Заключение

Таким образом, работы, проведенные в рамках выполнения проекта, являются основой для выполнения будущих работ как в рамках данного проекта, так и в области синхротронных исследований, и создают хорошие предпосылки для внедрения их результатов на предприятиях реального сектора экономики.

Работы выполнены при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования (проект № 075-15-2021-1348).

Библиографические ссылки

1. Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Харьков: ННЦ «ХФТИ»; 2005. 236 с.
2. Кузьмичёв А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. Киев: Аверс; 2008. 244 с.
3. Kaufholz M., Krause B., Kotapati S., Kohl M., Mantilla M.F., Stuber M. et al. Monitoring the thin film formation during sputter deposition of vanadi-

- um carbide. *Journal of Synchrotron Radiation* 2015; 22(1): 76-85.
4. Krysina O.V., Koval N.N., Shmakov A.N., Vinokurov Z.S. In situ X-ray Investigation of Coatings Based on Titanium Nitride Upon High-Temperature Oxidation in Air. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques* 2016; 10(5): 1067-1071.
 5. Schell N., Martins R.M.S., Fernandes F.M. Braz. Real-time and in-situ structural design of functional NiTi SMA thin films. *Appl. Phys. A.* 2005; 81: 1441-1445.
 6. Feugeas J., Gómez B. and Craievich A. Ion nitriding of stainless steels. Real time surface characterization by synchrotron X-ray diffraction. *Surf. Coat. Technol.* 2002; 154: 167-175.