

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ  
БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ  
Кафедра физики твердого тела**

**ВЕРЕМЕЙ  
Илья Сергеевич**

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ МНОГОСЛОЙНЫХ  
ПЛЕНОК НК-ZrN/A-ZrCu, ОБЛУЧЕННЫХ  
НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ИОНАМИ ГЕЛИЯ И КРИПТОНА**

**Дипломная работа**

**Научный руководитель:  
доктор физико-математических  
наук, профессор,  
Углов Владимир Васильевич**

**Допущен к защите  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_\_\_ г.  
Зав. кафедрой физики твердого тела,  
доктор физико-математических наук,  
профессор В.В. Углов**

**МИНСК 2023**

## Оглавление

<b>Перечень сокращений и обозначений.....</b>	4
<b>Реферат.....</b>	5
<b>Введение.....</b>	8
<b>Глава 1. Механизмы образования и миграции радиационных дефектов в многослойных пленках, облученных низкоэнергетическими ионами....</b>	10
<b>1.1 Взаимодействие радиационных дефектов на границе зерен .....</b>	10
<b>1.2 Влияние размера зерна на радиационную стойкость материалов</b>	12
<b>1.3 Влияние границ слоев на радиационную стойкость многослойных покрытий .....</b>	14
<b>1.4 Взаимодействие кластеров радиационных дефектов на границе слоев многослойных покрытий.....</b>	18
<b>1.5 Аморфизация и упрочнение в многослойных покрытиях .....</b>	21
<b>Глава 2. Объект и методы исследования .....</b>	24
<b>2.1 Метод получения и объект исследования .....</b>	24
<b>2.2 Моделирование распределения ионов и повреждающей дозы в программе SRIM-2013 .....</b>	24
<b>2.3 Рентгеноспектральный микроанализ.....</b>	26
<b>2.4 Растворная электронная микроскопия .....</b>	28
<b>2.5 Рентгеноструктурный анализ.....</b>	29
<b>2.6 Метод рентгеновской рефлектометрии.....</b>	30
<b>Глава 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение.....</b>	33
<b>3.1 Элементный, фазовый состав в многослойных пленках нк-ZrN/a-ZrCu .....</b>	33
<b>3.2 Элементный, фазовый состав и внутренние напряжения в многослойных пленках нк-ZrN/a-ZrCu, облученных ионами гелия.....</b>	36
<b>3.4 Микроструктура поверхности многослойных пленок нк-ZrN/a-ZrCu, облученных ионами гелия .....</b>	38
<b>3.4 Микроструктура поверхности многослойных пленок нк-ZrN/a-ZrCu, облученных ионами гелия и отожженных в вакууме .....</b>	41
<b>3.5 Элементный, фазовый состав и внутренние напряжения в многослойных пленках нк-ZrN/a-ZrCu, облученных низкоэнергетическими ионами криптона .....</b>	46
<b>заключение .....</b>	49
<b>Список использованных источников .....</b>	51
<b>Приложение а .....</b>	56
<b>приложение б .....</b>	60
<b>приложение в .....</b>	64
<b>приложение г .....</b>	67
<b>приложение д .....</b>	75

<b>приложение е.....</b>	83
<b>приложение ж.....</b>	86

## **ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ**

<b>а</b>	аморфный
<b>ат.%</b>	проценты атомной доли
<b>нк</b>	нанокристаллический
<b>ВРР</b>	высокоразрешающая рентгеновская рефлексометрия
<b>СЭМ</b>	сканирующая электронная микроскопия
<b>R<sub>p</sub></b>	прогнозируемая глубина распределения ионов
<b>θ</b>	угол дифракции

## РЕФЕРАТ

Дипломная работа 55 с., 31 рис., 3 табл., 69 источн.  
МНОГОСЛОЙНЫЕ ПЛЕНКИ, МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ,  
ОБЛУЧЕНИЕ, НАПРЯЖЕНИЯ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, АМОРФНЫЕ СЛОИ,  
ФЛЕКИНГ

Объектами исследования являлись многослойные пленки нк-ZrN (5 нм)/а-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (5 нм) и нк-ZrN (5 нм)/а-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (10 нм), состоящие из керамических слоев ZrN и металлического стекла (Zr, Cu). В слое (Zr, Cu) диапазон содержания меди составляет 0,45 – 0,74 атомных процентов.

Пленки подвергались облучению ионами He<sup>2+</sup> с энергией 40 кэВ и флюенсами от  $5 \times 10^{16}$  до  $1,1 \times 10^{18}$  см<sup>-2</sup> и ионами Kr<sup>14+</sup> с энергией 280 кэВ и флюенсами от  $1 \times 10^{14}$  до  $5 \times 10^{15}$  см<sup>-2</sup>.

Целью данной работы явилось исследование элементного и фазового состава, внутренних напряжений, морфологии поверхности многослойных пленок нк-ZrN/a-ZrCu, облученных низкоэнергетическими ионами гелия и криптона.

В работе применялись следующие методы исследования – сканирующая электронная микроскопия, рентгеноспектральный микроанализ, рентгеноструктурный анализ.

В результате исследования выявлено, облучение с дозой  $9 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup> пленок нк-ZrN (5 нм)/а-Zr<sub>0,26</sub>Cu<sub>0,74</sub> (10 нм) вызывает кристаллизацию атомов меди. В остальных пленках фазовый состав остается стабильным при дозе  $1,1 \times 10^{18}$  см<sup>-2</sup>. Поверхность пленок не разрушается до флюенса  $5 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup>. Выявлено, что с повышением флюенса ионов радиационная эрозия поверхности развивается по механизму флексинга. Установлено, что увеличение толщины аморфного слоя и содержания меди повышают стойкость к облучению (критический флюенс увеличивается от  $5 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup> до  $8 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup>). Облучение ионами гелия приводит к снижению уровня сжимающих напряжений. В облученных с дозой  $5 \times 10^{16}$  см<sup>-2</sup> и после этого отожженных в вакууме в течении 1 часа при температуре 700° С пленках нк-ZrN/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> ( $x=0,45; 0,53; 0,61$ ) образуются блистеры.

Полученные результаты исследований могут быть использованы для создания новых перспективных материалов с высокой радиационной стойкостью, а также для разработки новых высокоэффективных процессов плазменной и ионной обработки материалов. Разработка данных процессов представляет интерес для предприятий машиностроения и ядерной энергетики Республики Беларусь.

## РЭФЕРАТ

Дыпломная праца 55 с., 31 мал., 3 табл., 69 крыніц.  
ШМАТСЛОЙНЫЯ ПЛЁНКІ, МАГНЕТРОННАЕ РАСТЫЛЕННЕ,  
АПРАМЯНЕННЕ, НАПРУЖАННЕ, ФАЗАВЫ СКЛАД, АМОРФНЫЯ  
ПЛАСТЫ, ФЛЕКІНГ

Аб'ектамі даследавання з'яўляліся шматслаёвыя плёнкі нк-ZrN (5 нм)/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (5 нм) і нк-ZrN (5 нм)/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (10 нм), якія складаючыя з керамічных пластоў ZrN і металічнага шкла (Zr, Cu). У пласце (Zr, Cu) дыяпазон утрымання медзі складае 0,45 – 0,74 атамных працэнтаў.

Плёнкі падвяргаліся апрамяненню іёнамі He<sup>2+</sup> з энергіяй 40 кэВ і флюенсамі ад  $5 \times 10^{16}$  да  $1,1 \times 10^{18}$  см<sup>-2</sup> і іёнамі Kr<sup>14+</sup> з энергіяй 280 кэВ і флюенсамі ад  $1 \times 10^{14}$  да  $5 \times 10^{15}$  см<sup>-2</sup>.

Мэтай дадзенай працы з'яўлялася даследаванне элементнага і фазавага складу, унутраных высілкаў, марфалогіі паверхні шматслаёвых плёнак нк-ZrN/a-ZrCu, апрамененых нізкаэнергетычных іёнамі гелія і кryptonу.

У працы прымяняліся наступныя метады даследавання – сканавальная электронная мікраскапія, рэнтгенаспектральны мікрааналіз, рэнтгенаструктурны аналіз.

У выніку даследавання выяўлена, апрамяненне з дозай  $9 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup> плёнак нк-ZrN (5 нм)/a-Zr<sub>0,26</sub>Cu<sub>0,74</sub> (10 нм) выклікае кристалізацыю атамаў медзі. У астатніх плёнках фазавы склад застаецца стабільным пры дозе  $1,1 \times 10^{18}$  см<sup>-2</sup>. Паверхня плёнак не руйнуецца да флюенсу  $5 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup>. Выяўлена, што з павышэннем флюенсу іёнаў радыяцыйная эрозія паверхні развіваецца па механізме флеクінга. Усталявана, што павелічэнне таўшчыні аморфнага пласта і ўтрыманні медзі павялічваюць устойлівасць да апрамянення (крытычны флюенс павялічваецца ад  $5 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup> да  $8 \times 10^{17}$  см<sup>-2</sup>). Апрамяненне іёнамі гелія прыводзіць да паніжэння ўздоўжня сціскальных высілкаў. У апрамененых з дозай  $5 \times 10^{16}$  см<sup>-2</sup> і пасля гэтага адпаленых у вакууме на працягу 1 гадзіны пры тэмпературы 700° С плёнках нк-ZrN/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> ( $x=0,45; 0,53; 0,61$ ) утвораеца блістары.

Атрыманыя вынікі даследаванняў могуць быць скарыстаны для стварэння новых перспектыўных матэрыялаў з высокай радыяцыйнай устойлівасцю, а таксама для распрацоўкі новых высокаэфектыўных працэсаў плазменнай і іённай апрацоўкі матэрыялаў. Распрацоўка гэтых працэсаў уяўляе цікавасць для прадпрыемстваў машынабудавання і ядзернай энергетыкі Рэспублікі Беларусь.

## ABSTRACT

Thesis 55 pages, 31 figures, 3 tables, 69 sources.

MULTILAYER FILMS, MAGNETRON SPUTTERING, IRRADIATION,  
VOLTAGES, PHASE COMPOSITION, AMORPHOUS LAYERS, FLACKING

The objects of study were multilayer films nc-ZrN (5 nm)/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (5 nm) and nc-ZrN (5 nm)/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (10 nm), consisting of ZrN ceramic layers and metallic glass (Zr, Cu). In the (Zr, Cu) layer, the copper content ranges from 0,45 to 0,74 atomic percent.

The films were irradiated with He<sup>2+</sup> ions with an energy of 40 keV and fluences from  $5 \times 10^{16}$  to  $1,1 \times 10^{18}$  cm<sup>-2</sup> and Kr<sup>14+</sup> ions with an energy of 280 keV and fluences from  $1 \times 10^{14}$  to  $5 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup>.

The aim of this work was to study the elemental and phase composition, internal stresses, and surface morphology of nc-ZrN/a-ZrCu multilayer films irradiated with low-energy helium and krypton ions.

The following research methods were used in the work - scanning electron microscopy, X-ray spectral microanalysis, X-ray diffraction analysis.

As a result of the study, it was revealed that irradiation with a dose of  $9 \times 10^{17}$  cm<sup>-2</sup> of nc-ZrN (5 nm)/a-Zr<sub>0,26</sub>Cu<sub>0,74</sub> (10 nm) films causes crystallization of copper atoms. In other films, the phase composition remains stable at a dose of  $1,1 \times 10^{18}$  cm<sup>-2</sup>. The surface of the films is not destroyed up to a fluence of  $5 \times 10^{17}$  cm<sup>-2</sup>. It was found that with an increase in the ion fluence, the radiation erosion of the surface develops according to the flacking mechanism. It has been established that an increase in the thickness of the amorphous layer and the copper content increase the resistance to irradiation (the critical fluence increases from  $5 \times 10^{17}$  cm<sup>-2</sup> to  $8 \times 10^{17}$  cm<sup>-2</sup>). Irradiation with helium ions leads to a decrease in the level of compressive stresses. In those irradiated with a dose of  $5 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> and then annealed in vacuum for 1 hour at a temperature of 700° C films of nc-ZrN/a-Zr<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub> (x=0,45; 0,53; 0,61) blisters are formed. The obtained research results can be used to create new promising materials with high radiation resistance, as well as to develop new highly efficient processes for plasma and ion processing of materials. The development of these processes is of interest to enterprises of mechanical engineering and nuclear energy of the Republic of Belarus.