

Школа Инженерная школа ядерных технологий  
 Направление подготовки 03.03.02 «Физика»  
 Отделение школы(НОЦ) Экспериментальной физики

**БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

Тема работы
<b>Послойный анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методами позитронной аннигиляционной спектроскопии и оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда</b>

УДК 539.124.6:621.793.1:539.216.2

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0Б51	Ломыгин Антон		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ	Лаптев Роман Сергеевич	к.т.н.		

**КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Конотопский Владимир Юрьевич	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД ШБИП	Скачкова Лариса Александровна			

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель отделения ЭФ ИЯТШ	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., доцент		

## Запланированные результаты обучения по программе

Код результата	Результат обучения (выпускник способен)	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересован ных сторон
<i>Общекультурные компетенции</i>		
<b>Р1</b>	Использовать основные этапы и закономерности исторического развития общества, основы философских, экономических, правовых знаний для формирования мировоззренческой, гражданской позиций и использования в различных сферах жизнедеятельности	Требования ФГОСЗ+ (ОК-1, ОК-2, ОК-3, ОК-4)
<b>Р2</b>	К самоорганизации и самообразованию, работать в коллективе, к коммуникации в устной и письменной формах, в том числе на иностранном языке, толерантно воспринимать социальные, этические и культурные различия, использовать методы и средства физической культуры, приёмы первой помощи и методы защиты в условиях ЧС.	Требования ФГОСЗ+ (ОК-5, ОК-6, ОК-7, ОК-8, ОК-9)
<i>Общепрофессиональные компетенции</i>		
<b>Р3</b>	Использовать в профессиональной деятельности базовые естественнонаучные знания, современные концепции и ограничения естественных наук, использовать фундаментальные знания разделов общей и теоретической физики, математики для создания моделей и решения типовых профессиональных задач, в том числе с использованием знаний профессионального иностранного языка.	Требования ФГОСЗ+ (ОПК-1, ОПК-2, ОПК-3, ОПК-7)
<b>Р4</b>	Понимать сущность и значение информации, соблюдать основные требования информационной безопасности, использовать методы, способы, средства получения и хранения информации, решать стандартные задачи на основе информационной и библиографической культуры.	Требования ФГОСЗ+ (ОПК-4, ОПК-5, ОПК-6)
<b>Р5</b>	Получить организационно-управленческие навыки при работе в научных группах, критически переосмысливать накопленный опыт, изменять при необходимости профиль своей профессиональной деятельности, нести ответственность за последствия своей инженерной деятельности.	Требования ФГОСЗ+ (ОПК-8, ОПК-9)
<i>Профессиональные компетенции</i>		
<b>Р6</b>	<u>Научно-исследовательская деятельность</u> Проводить научные теоретические и экспериментальные исследования в областях: материаловедения, атомной и ядерной физики, водородной энергетики, физики плазмы с помощью современной приборной базы с использованием специализированных знаний физики и освоенных профильных дисциплин.	Требования ФГОСЗ+ (ПК-1, ПК-2)
<b>Р7</b>	<u>Научно-инновационная деятельность</u> Применять на практике профессиональные знания теории и методов физических исследований, а также	Требования ФГОСЗ+ (ПК-3, ПК-4,

	профессиональные знания и умения в результате освоения профильных дисциплин для проведения физических исследований в инновационных областях науки, используя современные методы обработки, анализа и синтеза информации.	ПК-5)
<b>Р8</b>	<u>Организационно-управленческая</u> Использовать на практике теоретические основы организации и планирования физических исследований, участвовать в подготовке и составлении научной документации по установленной форме, понимать и применять на практике методы управления в сфере природопользования	Требования ФГОС3+ (ПК-6, ПК-7, ПК-8)
<b>Р9</b>	<u>Педагогически-просветительская</u> Проектировать, организовывать, анализировать педагогическую деятельность, владеть последовательностью изложения материала с использованием междисциплинарных связей физики с другими дисциплинами, участвовать в информационно-образовательных мероприятиях по пропаганде и распространению научных знаний	Требования ФГОС3+ (ПК-9)

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий  
 Направление подготовки (специальность) 03.03.02 «Физика»  
 Отделение школы (НОЦ) Экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:  
 Руководитель ООП  
 \_\_\_\_\_ Лидер А.М.  
 (Подпись)    (Дата)    (Ф.И.О.)

### ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы
---------------------

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
0Б51	Ломыгину Антону

Тема работы:

Послойный анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методами позитронной аннигиляционной спектроскопии и оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда
---

Утверждена приказом директора (дата, номер)	07.05.2019, № 3562/с
---	----------------------

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

#### ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p><b>Исходные данные к работе</b>  <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Наноразмерные металлические слои Zr/Nb нанесённые методом магнетронного распыления на кремниевую подложку, протонное облучение на ускорителе ЭСГ 2,5 с энергией 900 кэВ, пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия, спектрометр тлеющего разряда GD-Profiler 2 фирмы Horiba Jobin Yvon.</p>
<p><b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>  <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов,</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Обзор литературных источников;</li> <li>– Подготовка наноразмерных металлических слоев Zr/Nb;</li> <li>– Облучение протонами полученных покрытий на ускорителе;</li> <li>– Анализ наноразмерных металлических слоев после облучения методом пучковой</li> </ul>

<p>подлежащих разработке; заключение по работе).</p>	<p>позитронной аннигиляционной спектроскопии;</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Подбор оптимальных параметров работы радиочастотного источника спектрометра тлеющего разряда;</li> <li>– Анализ распределения слоев Zr/Nb;</li> <li>– Химический анализ после облучения наноразмерных металлических слоев Zr/Nb;</li> <li>– Исследование корреляционной зависимости между распределением слоев и S параметра;</li> <li>– Анализ полученных результатов;</li> <li>– Социальная ответственность;</li> <li>– Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение;</li> <li>– Заключение.</li> </ul>
--	---

**Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы**

(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Социальная ответственность	Скачкова Лариса Александровна, старший преподаватель ООДШБИП
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Конотопский Владимир Юрьевич, доцент ОСГНШБИП

**Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:**

<b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b>	
---	--

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ	Лаптев Роман Сергеевич	к.т.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБ51	Ломыгин Антон		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА  
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И  
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
0Б51	Ломыгину Антону

<b>Школа</b>	<b>ИЯТШ</b>	<b>Отделение школы (НОЦ)</b>	<b>Экспериментальной физики</b>
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02 Физика

**Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:**

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	<i>Принять по действующим ценам</i>
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	<i>Отчисления во внебюджетные фонды – 30%; НДС – 20%</i>

**Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:**

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	<i>Разработка анализа конкурентоспособности</i>
2. Планирование и формирование бюджета научных исследований	<i>Составление календарного плана проекта. Определение бюджета НИ</i>
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	<i>Выполнить</i>

**Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):**

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. Альтернативы проведения НИ
4. График проведения и бюджет НИ
5. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ - выполнить

<b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b>	
---	--

**Задание выдал консультант:**

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
Доцент ОСГН ШБИП	Конотопский Владимир Юрьевич	к.э.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
0Б51	Ломыгин Антон		

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
0Б51	Ломыгину Антону

<b>Школа</b>	<b>ИЯТШ</b>	<b>Отделение (НОЦ)</b>	<b>Экспериментальной физики</b>
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02. Физика

Тема ВКР:

Послойный анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методами позитронной аннигиляционной спектроскопии и оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда

**Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:**

<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Объектом исследования являются наноразмерные металлические слои (НМС) Zr/Nb, распределение слоев и элементный состав покрытий анализируется с помощью спектрометра тлеющего разряда GD-Profiler 2 компании Horiba Jobin Yvon. Данный спектрометр применяется для химического анализа исследуемых материалов, путем анализа оптически-эмиссионного спектра материала. Спектрометр находится в лаборатории 3 корпуса ТПУ. Исследуемые НМС Zr/Nb обладают свойствами радиационной стойкости.</p>
---	--

**Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:**

<p><b>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	<p>1. По данной теме рассматриваются законодательные и нормативные документы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 27.12.2018)</li> <li>– инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;</li> <li>– инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.</li> </ul> <p>Документы по воздействию ПЭВМ:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;</li> <li>– ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.</li> <li>– ГОСТ Р 50923-96. Дисплей. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде.</li> </ul>
--	--

	<p>Методы измерения.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).</li> <li>– СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.</li> </ul>
<p><b>2. Производственная безопасность:</b></p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>2. Анализ опасных факторов производственной среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– электробезопасность;</li> <li>– термическая опасность;</li> <li>– пожаровзрывобезопасность.</li> </ul> <p>Анализ вредных факторов производственной среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Воздействие электрического напряжения на организм человека;</li> <li>– Воздействие высокой температуры на организм человека;</li> <li>– Воздействие химических веществ на дыхательные пути и организм человека в целом;</li> <li>– Утечка газа из баллона;</li> <li>– Микроклимат.</li> </ul>
<p><b>3. Экологическая безопасность:</b></p>	<p>3. Факторы рабочего места, влияющие на окружающую среду:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Выброс в атмосферу рабочего газа;</li> <li>– Выброс в атмосферу химических веществ;</li> <li>– Выброс паров масла с фильтра пластинчато-роторного насоса.</li> </ul>
<p><b>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b></p>	<p>4. Возможные чрезвычайные ситуации:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Утечка газа из баллона;</li> <li>– Возникновение возгорания;</li> <li>– Поражение оператора установки электрическим током;</li> </ul> <p>Наиболее типичная ЧС:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Возникновение возгорания.</li> </ul>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД ШБИП	Скачкова Лариса Александровна			

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0Б51	Ломыгин Антон		



Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Уровень образования Бакалавр

Направление подготовки 03.03.02 «Физика»

Отделение школы (НОЦ) Экспериментальной физики

Период выполнения \_\_\_\_\_

Форма представления работы:

бакалаврская работа
---------------------

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

### КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	27.05.2019
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
01.03.2019	Аналитический обзор литературы	15
20.03.2019	Исследование дефектной структуры наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методом позитронной аннигиляционной спектроскопии	15
05.04.2019	Исследование распределения слоев в системе Zr/Nb методом оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда	15
15.04.2019	Химический анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методом оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда	15
30.04.2019	Анализ результатов	15
14.05.2019	Социальная ответственность	10
20.05.2019	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	10
24.05.2019	Заключение	5

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ	Лаптев Роман Сергеевич	к.т.н.		

**СОГЛАСОВАНО:**

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель	Лидер Андрей	д.т.н., доцент		

отделения ЭФ ИЯТШ	Маркович			
-------------------	----------	--	--	--

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 112 с., 35 рисунков, 16 таблиц, 145 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: наноразмерные металлические слои, магнетронное распыление, протонное облучение, оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда, пучковая позитронная спектроскопия с переменной энергией.

Объектом исследования являются наноразмерные металлические слои (НМС) Zr/Nb с различной толщиной индивидуальных слоев  $100 \pm 10$ ,  $25 \pm 2$  нм, соответственно. Покртия наносились на кремниевую подложку методом магнетронного распыления.

Целью работы является исследование влияния облучения протонами НМС Zr/Nb на распределение элементов и дефектную структуру.

В процессе исследования проводилось протонное облучение полученных НМС Zr/Nb с энергией 900 кэВ. Подбирались оптимальные параметры работы радиочастотного источника спектрометра тлеющего разряда GD-Profilер 2. Проводился анализ распределения слоев в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами, также анализировалась дефектная структура НМС Zr/Nb до и после облучения протонами с помощью пучковой позитронной спектроскопии с переменной энергией.

В результате исследования установлено, что в полученных НМС Zr/Nb не происходит перешивания слоев как до, так и после облучения протонами. Уровень дефектной структуры до и после облучения остается на одинаковом уровне, в некоторых случаях наблюдается снижение уровня дефектной структуры.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: толщина покрытий составила  $1 \pm 0,1$  мкм.

Степень внедрения: результаты работы по подбору оптимальных режимов распыления НМС представлены на международной научной конференции «Перспективы развития фундаментальных наук».

Область применения: результаты исследований могут быть использованы для разработки методов повышения радиационной стойкости конструкционных материалов.

Экономическая эффективность/значимость работы заключается в разработке и создании покрытия, позволяющего повышать время эксплуатации конструкционных материалов подверженных воздействию ионизирующего облучения.

В будущем планируется проведение оптимизации состава и толщины наносимых покрытий.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	15
Глава 1. Радиационно-стойкие системы .....	19
1.1. Кубические наноразмерные мультислойные системы .....	20
1.2. Гексагональные наноразмерные мультислойные системы .....	27
1.3. Гексагонально-кубические наноразмерные мультислойные системы ....	28
Глава 2. Материалы и методы.....	42
2.1. Подготовка образцов .....	42
2.2. Источники позитронов.....	42
2.3. Спектроскопия времени жизни позитронов .....	43
2.4. Доплеровское уширение аннигиляционной линии позитронов .....	46
2.5. Пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия с переменной энергией .....	48
2.6. Оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда .....	54
Глава 3. Результаты и обсуждения.....	56
3.1. Оптимизация параметров радиочастотного источника ОЭС-ТР .....	56
3.2. Исследование распределения НМС Zr/Nb методом ОЭС-ТР до и после облучения протонами.....	58
3.3. Пучковая позитронная спектроскопия НМС Zr/Nb .....	60
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение .....	68
4.1. Анализ аналогичных конкурентных технических решений с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности .....	68
4.2. Организация и планирование работ .....	70
4.2.1.Продолжительность этапов работ .....	71
4.3. Бюджет научного исследования.....	73
4.3.1. Расчет материальных затрат .....	74
4.3.2. Расчет заработной платы.....	75
4.3.3. Расчет затрат на социальный налог .....	75
4.3.4. Расчет затрат на электроэнергию .....	76

4.3.5. Расчет амортизационных расходов .....	76
4.3.6. Расчет прочих расходов .....	77
4.3.7. Расчет общей себестоимости разработки .....	77
4.4. Определение сравнительной эффективности исследования .....	78
Глава 5. Социальная ответственность .....	81
Введение .....	81
5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности .....	82
5.1.1. Специальные правовые нормы трудового законодательства .....	82
5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя .....	83
5.2. Профессиональная социальная безопасность .....	83
5.2.1. Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований .....	84
5.3. Экологическая безопасность .....	90
5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях .....	91
5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований .....	91
5.4.2. Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС .....	92
Выводы .....	94
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	68
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....	96
Приложение А .....	111

## ВВЕДЕНИЕ

Радиационно-индуцированные дефекты и соответствующие изменения механических свойств в облученных материалах изучаются в последние десятилетия на разных многослойных покрытиях [1, 2, 3]. Данные покрытия с различными кристаллическими структурами широко используются как материалы с повышенной стойкостью к радиационным дефектам, поскольку может происходить рекомбинация вакансий и междоузлий [4, 5, 6, 7]. Основываясь на этой концепции, металлы с различными кристаллическими структурами (ОЦК, ГЦК и ГПУ) объединяются для изготовления многослойных пленок с повышенной толерантностью к радиационному повреждению, создаваемому при He-ионной и протонной бомбардировке.

Циркониевые сплавы являются конструкционным материалом для важнейших элементов активных зон ядерных энергетических реакторов. Это объясняется низким сечением захвата тепловых нейтронов, хорошей коррозионной стойкостью и прочностными характеристиками. Следовательно, в настоящее время важной задачей является защита данных циркониевых сплавов и продления времени их эксплуатации. При эксплуатации конструкционные материалы на основе циркония подвергаются воздействию агрессивной среды, возникает деградация материала и нарушается целостность изделия из-за возникновения большого количества дефектов. Открытые объемные дефекты кристаллической решетки, например, вакансии, дислокации, границы зерен и т. д. оказывают сильное влияние на многие физические свойства металлических материалов. Например, вакансии играют ключевую роль в диффузионных процессах [8] и фазовых превращениях [9]. Дислокации и границы зерен вызывают усиление материалов [10], [11] и обеспечивают места зародышеобразования для осаждения. Существует множество способов введения различных дефектов решетки в металлические материалы, например, пластическая деформация, внедрение водорода в кристаллическую решетку,

электронное и ионное облучение и т. д. Ряд новых металлических материалов с уникальными физическими свойствами был разработан путем управляемого введения специфических дефектов или использования модифицированного поверхностного слоя. Такой подход можно назвать инженерной модернизацией материала, то есть адаптация свойств материала путем управляемого введения различных дефектов в решетку или на поверхность. Можно упомянуть несколько примеров инженерной модернизации:

- разработка широкого класса ультрамелкозернистых материалов с помощью пластической деформации [11, 12, 13], т.е. структурное уточнение с помощью высокой пластической деформации, обеспечивающей высокую плотность дислокаций и концентрацию вакансий;

- повышение равновесной концентрации вакансий за счет загрузки водорода. Энергия образования открытых объемных дефектов может быть значительно снижена поглощенным водородом. Этот эффект обуславливает создание так называемых сверхплотных вакансий в различных металлах [14, 15, 16, 17];

- разработка покрытий, обладающих стойкостью к тому или иному типу воздействия на основе металлов, полимеров, керамик. Примером таких покрытий являются наноразмерные металлические слои (НМС) различных металлов, нанесенных послойно.

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) [18, 19] представляет собой отличный инструмент для характеристики дефектов образующихся в кристаллической решетке материалов:

- ПАС проявляет высокую чувствительность к открытым объемным дефектам;

- позитрон, как точечная частица, действует как высококомобильный зонд, позволяющий исследовать структуру материала на атомном уровне;

- ПАС - нелокальный метод, обеспечивающий информацию, усредненную из макроскопического объема;



- ПАС представляет собой неразрушающий метод, позволяющий проводить повторное измерение образцов, чтобы контролировать развитие дефектов во время различных обработок, например, отжиг, деформация, наводораживание, облучение и т. д.

Теория аннигиляции позитронов в твердых телах [20] хорошо развита, в частности, для металлов. Аннигиляционные характеристики можно определить с помощью расчетов из первых принципов и непосредственно сравнить с экспериментальными. Следовательно, в данном исследовании основным методом контроля дефектной структуры материала являются методы позитронной аннигиляционной спектроскопии.

При определении химического состава поверхностей и тонких пленок широко использовались такие методы, как электронно-зондовый рентгеновский микроанализ и спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда. Оба метода позволяют проводить неразрушающий анализ с высоким боковым и глубинным разрешением, но низкая элементная чувствительность является одним из главных недостатков.

Тонкопленочный анализ методами профилирования глубины распыления, основан на эрозии поверхностей в результате бомбардировки частицами с высокой энергией, причем вещество непрерывно удаляется в зависимости от времени бомбардировки. Одним из таких методов является спектрометрия тлеющего разряда (ОЭС-ТР) [21-30]. Данный метод используется для количественного и качественного анализа химического состава материалов. Оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда (ОЭС-ТР) - чувствительный метод к огромному количеству химических элементов. Легкая конструкция установки, простота эксплуатации, возможность профилирования вплоть до глубины 200 мкм сделали данный метод достаточно актуальным для качественного и количественного химического анализа материалов.

Таким образом, целью данной работы является исследование влияния облучения протонами НМС Zr/Nb на распределение элементов и дефектную структуру.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

1. Оптимизация параметров радиочастотного источника для анализа распределения НМС Zr/Nb методом ОЭС-ТР;
2. Исследование распределения НМС Zr/Nb методом ОЭС-ТР до и после облучения протонами;
3. Исследование распределения дефектов в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами с помощью пучков позитронов с регулируемой энергией методом ПАС;
4. Анализ полученных результатов.

## Глава 1. Радиационно-стойкие системы

Конструкционные материалы, способные выдерживать высокие дозы облучения, имеют важное значение для современных ядерно-энергетических систем [31, 32]. Электронное и легкое ионное облучение кристаллических твердых тел приводит к созданию большого количества вакансий и междоузлий, которые агломерируют с образованием дислокационных петель, тетраэдров с дефектами упаковки или пустот. Эти дефектные агломераты способствуют набуханию, упрочнению, аморфизации и охрупчиванию, что может ускорить разрушение материала при облучении [33, 34, 35]. Необходимо уменьшить образование радиационных дефектов, чтобы расширить эксплуатационные возможности и срок службы материалов в современных ядерных реакторах или в других условиях при длительном радиационном облучении. Разрабатываются различные стратегии для повышения устойчивости металлов к облучению. В частности, введение больших плотностей границ зерен, межфазных границ или свободных поверхностей (как в пористых структурах) является одним из подходов к повышению радиационной стойкости, который в настоящее время изучается [4, 6, 7, 36, 37]. Большинство границ зерен и интерфейсов, скрытых внутри материалов, являются эффективными поглотителями точечных дефектов и значительно повышают устойчивость к облучению. Singh B. N. в своей работе [41] исследовал аустенитные нержавеющие стали и выявил, что радиационное повреждение уменьшается с размером зерна из-за захвата дефектов на границах зерен. Точно так же недавние исследования показывают, что нанокристаллические металлы, содержащие большую удельную площадь на границах зерен, имеют лучшую устойчивость к облучению по сравнению с их крупнозернистыми аналогами [3, 39, 42, 43]. Следовательно, можно предположить, что есть возможность улучшить устойчивость к облучению многих материалов, используя их в нанокристаллической форме.

Моделирование атомной структуры подтвердило способность границ зерен удалять точечные дефекты и кластеры дефектов, вызванные каскадным выбиванием, как в гранецентрированных кубических, так и в объемно-центрированных кубических металлах [36, 45]. Таким образом, увеличение объемной доли межзеренных или межфазных границ уменьшает вероятность радиационного повреждения.

Исследования НМС показали, что некогерентные границы раздела также являются отличными поглотителями точечных дефектов: в этих нанокompозитах образуется заметно меньше дефектных кластеров, чем их чистых составляющих компонентов при идентичных условиях ионной бомбардировки [1, 2, 37, 38, 40, 46, 47, 48, 49, 50]. Однако некогерентные границы раздела нанокompозитов с различной кристаллографической ориентаций, составом и структурой, вероятно, будут иметь различную эффективность поглощения.

Существует множество систем НМС: системы ОЦК/ОЦК, системы ГЦК/ГЦК, системы ГЦК/ОКЦ, системы ГПУ/ОЦК и т.д.

### 1.1. Кубические наноразмерные мультислойные системы

Явными представителями системы ГЦК/ОЦК являются системы: Cu/Nb [51, 52, 53, 54, 55, 56, 57]; Ag/V [38, 58]; Cu/W [59]; Cu/Fe [60, 61] и Ni/Fe [62]; Cu/V [63] и т.д.

Несмешивающиеся нанослои Cu/Nb с толщиной слоя в 2,5 нм, показывают чрезвычайную устойчивость к смешиванию, вызванному облучением ионами He [56]. Пузырьки He практически не обнаруживаются в облученных нанослоях Cu/Nb, что свидетельствует об исключительной способности интерфейса Cu/Nb снижать концентрацию точечных дефектов по сравнению с их объемными аналогами [64]. На рисунке 1 представлено изображение с просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) НМС Cu/Nb

после облучения ионами  $\text{He}^{3+}$ . (На рисунке 1 «He bubbles» - пузырьки He, «free surface» - поверхность, «substrate» - подложка, «He concentration» - концентрация He, «uncertainty» - неточности, «detection limit» - предел детектирования, « $1/\text{nm}^3$ » -  $1/\text{nm}^3$ , «depth measured from free surface (nm)» - глубина от поверхности (нм)).

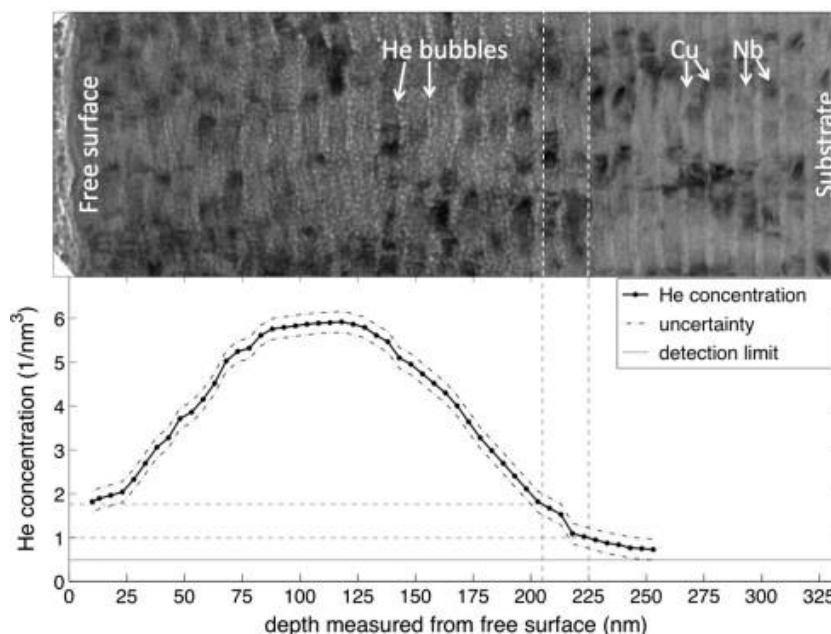


Рисунок 1 - Сравнение микрофотоснимка ПЭМ многослойного имплантированного  $\text{He}^3$  Cu/Nb (вверху) и соответствующего профиля концентрации He, измеренного с помощью анализа ядерной реакции (внизу), показывает критическую глубину, на которой не наблюдается пузырьков He (обозначено пунктирными линиями), даже несмотря на то, что He концентрация не равна нулю [64]

В работе [54] НМС Cu/Nb с толщинами индивидуальных слоев 2,5; 5 и 70 нм, при облучении ионами He с энергией 35 кэВ увеличивает твердость на 0,2; 0,3 и 0,5 ГПа, соответственно.

Система Cu/V также имеет высокую самовосстанавливающуюся способность при облучении. В работах [48, 63, 65] исследовали влияние облучения ионами He с энергией 50 кэВ на НМС Cu/V с толщинами слоев 2,5 и 50 нм. Сравнение двух типов НМС Cu/V с различными толщинами индивидуальных слоев показало, что при увеличении количества

некогерентных границ раздела Cu/V происходит уменьшение пузырьков гелия в зоне высадки ионов.

Wei Q. M. et al. в своей работе [38] исследовал радиационное упрочнение НМС на основе Ag/V. Как видно из рисунка 2, при увеличении толщины индивидуального слоя НМС Ag/V от 10 до 75 нм, увеличивалась твердость после облучения на 0,1-0,4 ГПа, соответственно. (На рисунке 2 «Hardness (GPa)» - Твердость (ГПа), «Layer thickness (nm)» - толщина индивидуального слоя (нм), «pure V» - чистый V, «pure Ag» - чистое Ag, «before radiation» - до облучения, «after radiation» - после облучения).

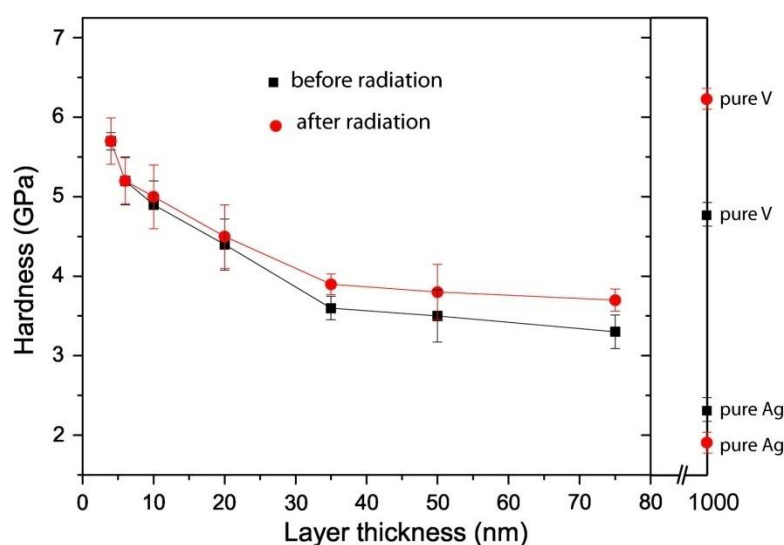


Рисунок 2 - Соотношение между твердостью и толщиной слоя до и после имплантации. Твердость чистого Ag и V показана на вертикальных осях [38]

НМС на основе Cu/W с толщиной отдельных слоев от 2,5 до 50 нм показали радиационную устойчивость при облучении ионами He с энергией 50 кэВ, причем Cu/W с 5 нм слоями имеет лучшую радиационную стойкость. На границе раздела не обнаружено никаких признаков смешения, вызванного облучением, и не было обнаружено явного образования пустот в слое Cu или W даже до 70 дpa. НМС Cu/W являются морфологически стабильными при облучении ионами He, и не образуются явные аморфные области, демонстрирующие хорошую устойчивость к облучению [59].

Следующей системой, поглощающей радиационно-индуцированные дефекты, является система ОЦК/ОЦК, явными примерами использования данной системы являются НМС Cr/W и Fe/W. В данном случае существует

критерий, по которому можно судить о том, будет ли происходить аннигиляция дефектов на интерфейсах двух металлических слоев или нет. В работе Bennett R. A. et al. [66] был назван критерий: в случае несовпадения параметров решетки на 9% и более, возможен, сток дефектов к некогерентным границам.

В работе Chen F. et al. [49] исследовалось воздействие облучения ионами  $\text{Xe}^{20+}$  с энергией 3 МэВ на НМС Cr/W и W с толщинами индивидуальных слоев 5, 50 и 200 нм, соответственно. Общая толщина покрытий составляла 200 нм. Характеристика морфологии поверхности чистых пленок W показала, что после облучения ионами  $\text{Xe}^{20+}$  наблюдаются значительные эффекты набухания, однако влияние излучения на многослойные пленки Cr/W незаметно. Кроме того, снижение твердости и модуля Юнга на многослойных пленках Cr/W было меньше, чем у чистых пленок W. Результаты морфологии поверхности и механических испытаний показали, что радиационная стойкость Cr/W многослойных пленок значительно лучше, чем у чистых W пленок.

НМС на основе Fe/W исследовались Li N. et al. в его работе [37], толщина индивидуальных слоев варьировалась от 1 до 200 нм, общая толщина покрытия составляла 2 мкм. В НМС Fe/W с 50 нм толщиной радиационное упрочнение может происходить в основном из-за дислокационных петель, пузырьков и междоузлий He. Твердость облученных НМС Fe/W с толщиной слоев 1 нм практически не изменяется относительно чистого Fe, сильно отличается твердость из-за радиационно-индуцированного упрочнения в пленках с толщинами индивидуальных слоев больше 5 нм.

Среди других возможных комбинаций некогерентных систем, системы на основе ГЦК/ГЦК структур имели большой успех при исследовании взаимодействия облучения с НМС.

Примером такой системы является НМС на основе Ag/Ni в работе Yu K. Y. et al. [50] исследовалось влияние облучения ионами He с энергией 100 кэВ и протонами с энергией 180 кэВ на НМС Ag/Ni с толщинами индивидуального слоя от 1 до 200 нм, и общей толщиной покрытия от 1 до 4 мкм. Плотность пузырьков He (рисунок 3) первоначально увеличивалась с глубиной

имплантации, приближалась к пиковому значению на глубине  $\sim 350$ - $400$  нм, а затем продолжала падать до глубины  $\sim 600$  нм. Для сравнения, максимальная плотность пузырьков в пленке Ag/Ni 2 нм на  $\sim 25\%$  ниже, чем в пленке Ag/Ni 50 нм. Глубина пиковой плотности пузырьков для обеих систем несколько близка к глубине пиковой концентрации He, показанной наложенным моделированием SRIM (сплошная линия) на рисунке 3. (На рисунке 3 «He bubble density ( $\times 10^{24} \text{ m}^{-3}$ )» - плотность пузырьков He ( $\times 10^{24} \text{ м}^{-3}$ ), «He Concentration (at. %)» - Концентрация He (ат. %), Depth (nm) - Глубина (нм), peak damage area - область максимальных повреждений)

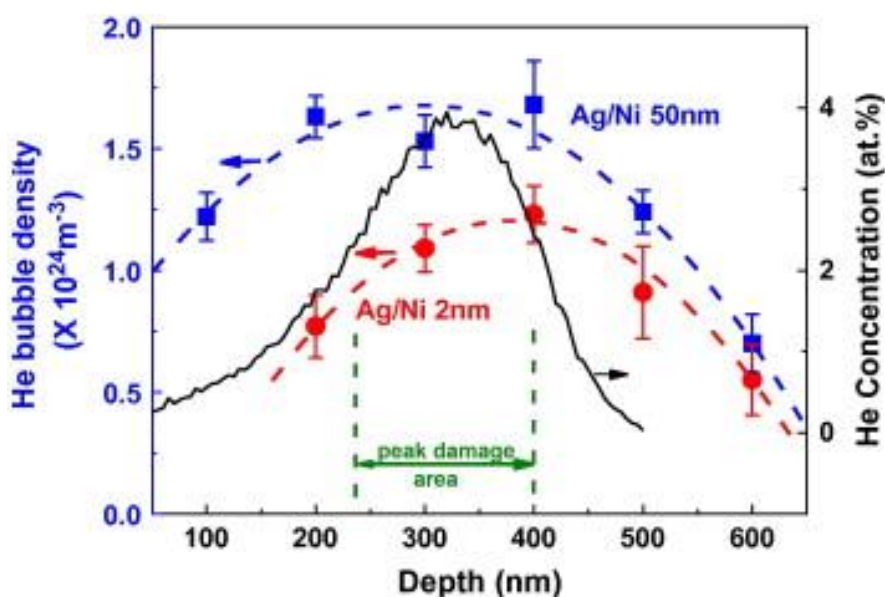


Рисунок 3 - Эволюция плотности пузырьков как функция глубины для многослойных слоев Ag/Ni, облученных ионами He 50 нм (синий) и Ag/Ni 2 нм (красный) [50]

Изменение плотности пузырьков, в зависимости от глубины, хорошо согласуется с наложенными результатами SRIM концентрации He (сплошная линия). НМС Ag/Ni 2 нм показала более низкую пиковую плотность и большую пороговую глубину, где могут быть обнаружены пузырьки He. Плотность пузырьков измеряли и рассчитывали с помощью ПЭМ.

В НМС Ag/Ni, облученных протонами, наблюдалось радиационное упрочнение, которое не зависело от толщины пленки и было выше исходного значения на 0,3 ГПа, как показано на рисунке 4а. Для НМС облученных ионами He радиационное упрочнение при большой толщине слоя (100 и 200 нм)



составляло около 1,3 ГПа, по сравнению с 0,7 ГПа для поликристаллического Ag и 1,2 ГПа для поликристаллического Ni (рисунок 4б). Используя правило смешивания, среднее значение увеличения твердости относительно начального значения НМС Ag/Ni составляет  $\sim 1$  ГПа. ( На рисунке 4 « $\Delta H_{IT}$  (GPa)» - увеличение твердости рассчитанное по методу смешивания (ГПа) , « $h^{-1/2}$  ( $\text{nm}^{-1/2}$ )» - толщина индивидуального слоя ( $\text{nm}^{-1/2}$ ) , «Proton irradiated» - протонное облучение, «He irradiated» - облучение ионами He , «pure Ni» - чистый Ni , «pure Ag» - чистое Ag).

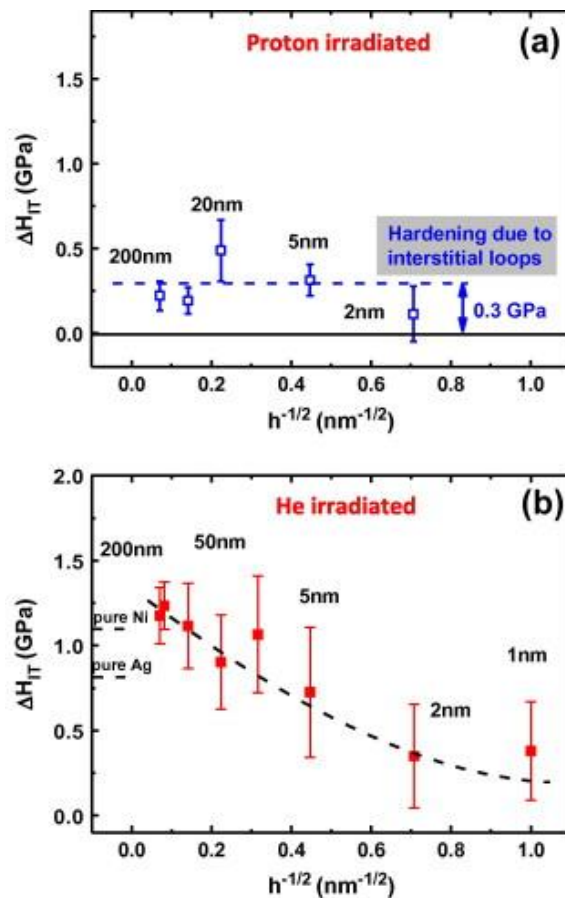


Рисунок 4 - Упрочнение, вызванное (а) протонным и (б) ионным облучением He, в зависимости от  $h^{-1/2}$ , где  $h$  - толщина отдельного слоя [50]

Работа Wang M. et al. [67] представляет собой особый интерес, так как некогерентная граница раздела была получена путем закалки расплавленного сплава Cu/Ag с эвтектическим составом, то есть с атомным отношением 2:3. Исходными материалами были высокочистый Cu (99,99%) и Ag (99,99%). Сначала их помещали в трубку из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , а затем герметизировали чистым аргоном до давления, немного превышающего 1 атм. Для их плавления и

перемешивания пробирку медленно нагревали до 1150 °С в вертикальной печи. После выдерживания при 1150 °С в течение одного часа пробирку, содержащую жидкую смесь Cu и Ag, сразу же охлаждали в резервуаре для воды. Размеры получаемых слитков составляют 10 мм в диаметре и 40 мм в длину. Из слитков были получены два типа образцов: «объемные» образцы дисков и образцы для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Объемные образцы были вырезаны из слитка методом искровой резки, затем отшлифованы и отполированы до зеркальной поверхности. Фольги для ПЭМ были вырезаны из слитков и отшлифованы до толщины около 50 мкм. Полученные образцы облучали ионами He с энергией 400 кэВ при температуре 400 °С в течении 200 мин. Полученный композит имеет высокую плотность интерфейсов и высокую радиационную стойкость. Углубленный ПЭМ анализ НМС Cu/Ag показывает сильное влияние границы раздела на накопление дефектов, детали которого существенно зависят от дозы и концентрации гелия (рисунок 5). При исследовании некогерентных границ раздела различных структур было выявлено, что, чем больше несоответствие между граничащими структурами, тем больше такая система сможет противостоять радиационному облучению и деформации. (На рисунке 5 «Depth (nm)» - Глубина (нм), He ions - ионы He, Bump - выпуклость, He concentration (at. %) - концентрация He (ат. %), Damage (dpa) - повреждения (dpa)).

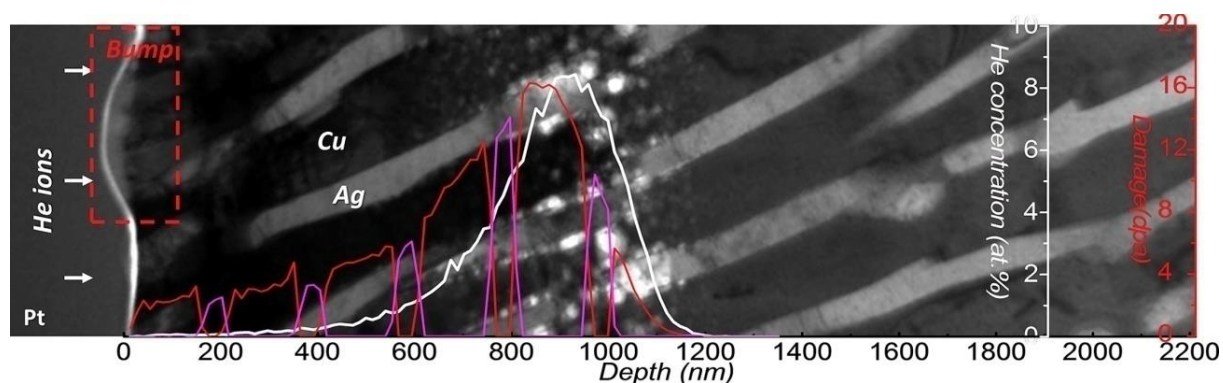


Рисунок 5 - Изображение ПЭМ в поперечном сечении, показывающее распределение индуцированных излучением дефектов в области имплантации He. Концентрация He и распределение дефектов моделируются с помощью SRIM [67]

Рассмотренные выше системы основывались на ГЦК и ОЦК структурах, данные структуры в своей основе имеют кубическую симметрию, что, возможно, влияет на радиационную и деформационную стойкость систем.

## 1.2. Гексагональные наноразмерные мультислойные системы

Довольно интересными свойствами могут обладать системы на основе ГПУ/ГПУ структур. В работе Lu Y. Y. et al. [68] исследовались два широко используемых ГПУ-металла, магний и титан, которые были выбраны для приготовления НМС с различными толщинами индивидуальных слоев от 2,5 до 200 нм, общая толщина покрытия варьировалась от 1 до 5 мкм. Система на основе Mg/Ti имеет ряд преимуществ: данные металлы не смешиваются за счет несоответствия кристаллических решеток, данная система имеет высокую термическую и композиционную стабильность, магний и титан являются основными конструкционными материалами аэрокосмической отрасли.

На рисунке 6 прямая линия, отражающая наклон Холла-Петча  $k\sigma$ , соответствует линейной зависимости  $\sigma \sim h^{-0.5}$  для относительно большой толщины индивидуального слоя ( $h$ ). Наклон Холла-Петча  $k\sigma$  составляет 4,99 ГПа $\sqrt{\text{нм}}$ . (На рисунке 6 «Hardness (GPa)» - Твердость (ГПа), Flow strength (GPa) - Прочность течения (ГПа),  $h^{-1/2}$  ( $\text{nm}^{-1/2}$ ) - толщина индивидуального слоя ( $\text{nm}^{-1/2}$ ), nm - нм).

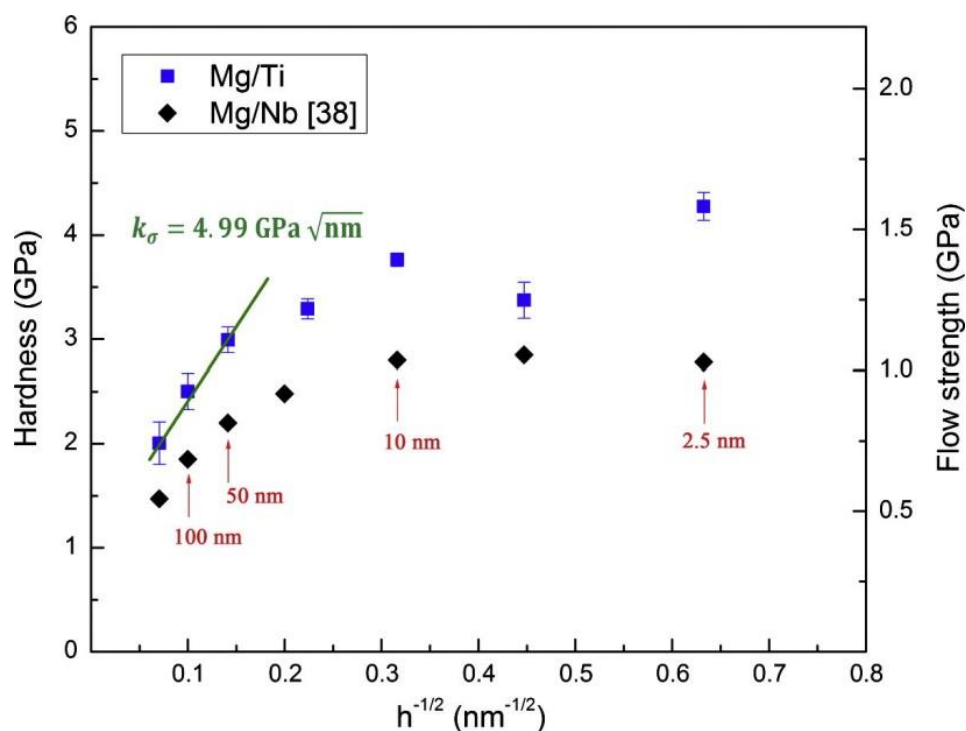


Рисунок 6 - График зависимости твердости  $H$  и текучести  $\sigma$  как функции  $h^{-1/2}$  для НМС Mg/Ti. Для сравнения также приведены результаты НМС Mg/Nb.

Результаты системы Mg/Nb взяты из работы. [69]. Прочность течения определяется путем деления твердости  $H$  на коэффициент 2,7 [68]

Твердость выравнивается при относительно небольшой толщине отдельного слоя, и провал наблюдается при  $h = 5$  нм. Однако максимальная прочность достигается при наименьшей толщине отдельного слоя  $h = 2,5$  нм. Причиной провала при толщине индивидуальных слоев 5 нм являлась метастабильная структура ОЦК Mg на некогерентной границе раздела Mg/Ti. Сила барьера границы раздела, рассчитанная по наклону Холла-Петча, показывает, что некогерентные границы раздела фаз в Mg/Ti являются сильным барьером для передачи скольжения.

### 1.3. Гексагонально-кубические наноразмерные мультислойные системы

Самым большим структурным несоответствием обладают гексагонально-кубические системы. Данные системы делятся на ГПУ/ОЦК и ГПУ/ГЦК системы.

Примером ГПУ/ГЦК системы является НМС на основе Cu/Zr. В работе Zhang J. Y. et al. [70] исследовались физико-механические свойства НМС Cu/Zr. Система Cu/Zr состояла из чередующихся слоев толщиной от 5 до 100 нм, общая толщина покрытия составляла 1,6 мкм. (На рисунке 7 «Force ( $\mu\text{N}$ )» - Нагрузка ( $\mu\text{Н}$ ), «Displacement (nm)» - Удлинение (нм), «True stress  $\sigma$  (MPa)» - Реальное напряжение  $\sigma$  (МПа), «True strain  $\varepsilon$ » - Реальное растяжение  $\varepsilon$ ).

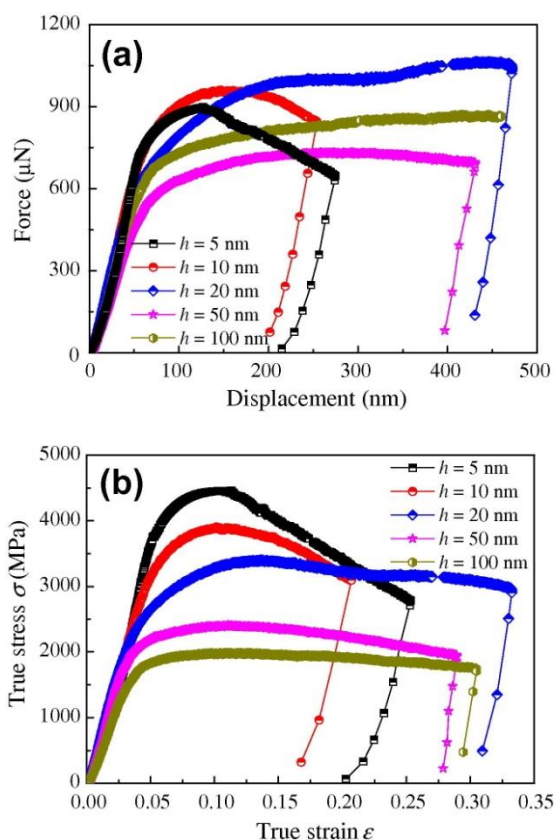


Рисунок 7 - (а) Графики нагрузки-смещения в результате испытаний на одноосное сжатие столбчатых НМС Cu/Zr с пятью различными значениями толщин индивидуальных слоев -  $h$ . (б) Соответствующие графики истинных напряжений - деформаций для столбчатых НМС Cu/Zr с пятью различными значениями  $h$  [70]

Проанализировав рисунок 7 можно сделать следующие выводы: упрочнение увеличивается с уменьшением толщин индивидуальных слоев ( $h$ ) и достигает максимума при  $h = 20$  нм, за которым следует обратная зависимость от  $h$ . Большое количество дислокационных взаимодействий между зёрненной границей и интерфейсом приводит к увеличению скорости деформационного твердения с уменьшением толщины покрытия до  $h = 20$  нм, выше данного

значения  $h$  наблюдается обратная зависимость между скоростью деформационного твердения и толщиной индивидуальных слоев. Воздействие ионного облучения на ГПУ/ГЦК системы не проводилось.

В последнее время набирают популярность системы на основе ГПУ/ОЦК структур, данные системы мало изучены и представляют собой огромный интерес в области радиационной стойкости, так как структурное несоответствие у системы ГПУ/ОЦК имеет ряд особенностей, связанных с коэффициентом плотной упаковки кристаллических решеток, равных 0,74 и 0,68, соответственно. За счет большого структурного несоответствия некогерентные границы разделов ГПУ/ОЦК систем являются стоком дефектов при облучении, и являются преградой для распространения дислокаций при деформации. Примером ГПУ/ОЦК систем являются системы Ta/Ti, Co/W, Zr/Nb и т.д.

Milosavljević M. et al. в своей работе [71] исследовал влияние ионного облучения на НМС Ta/Ti. Многослойная система представляла из себя послойное распределение Ti и Ta, с толщиной индивидуальных слоев 17 и 23 нм, соответственно. Общая толщина покрытия составляла 200 нм. Облучение происходило ионами  $Ar^+$  с энергией 200 кэВ, энергия была подобрана так чтобы ионы высаживались на середине полученного НМС. (На рисунке 8 «dislocation loops» - дислокационные петли, «bubbles» - пузырьки, «am - Si» - аморфный слой Si, «1<sup>st</sup> Ti» - первый слой Ti, «2<sup>nd</sup> Ta» - второй слой Ta, «3<sup>rd</sup> Ti» - третий слой Ti, «4<sup>th</sup> Ta» - четвертый слой Ta, «5<sup>th</sup> Ti» - пятый слой Ti, «6<sup>th</sup> Ta» - шестой слой Ta, «7<sup>th</sup> Ti» - седьмой слой Ti, «8<sup>th</sup> Ta» - восьмой слой Ta, «9<sup>th</sup> Ti» - девятый слой Ti, «10<sup>th</sup> Ta» - десятый слой Ta, «nm» - нм).

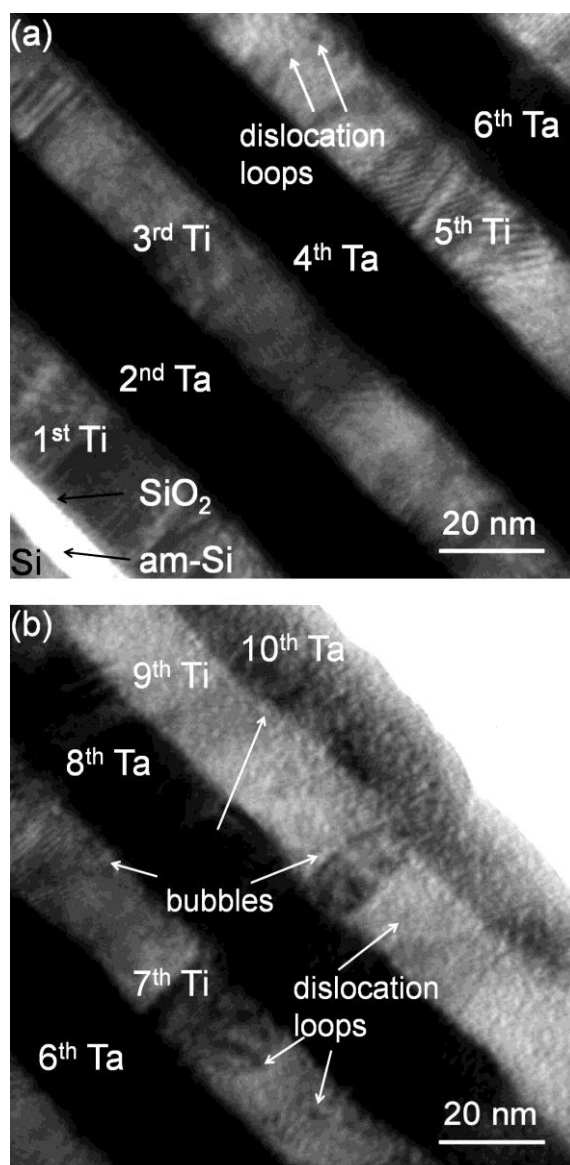


Рисунок 8 - ПЭМ - анализ поперечного сечения НМС Ta/Ti, имплантированного до  $2 \cdot 10^{16}$  ионов/см<sup>2</sup>: (а) внутренняя область по направлению к Si; (б) внешняя область к поверхности. Субнанометрические яркие и темные черты обозначены стрелками [71]

Результаты анализа ПЭМ дали дополнительное понимание возможных структурных изменений, вызванных ионным облучением. На рисунке 8 представлено изображение поперечного сечения НМС Ta/Ti, проиллюстрировано хорошее разделение слоев Ta и Ti с очень тонкой нанокристаллической структурой. Некоторые зерна растягиваются по всей толщине отдельного слоя и имеют ширину до  $\sim 20$  нм. На поверхности Si находится тонкий слой аморфного Si, образующийся при очистке подложек распылением. Поверх внешнего слоя Ta мы наблюдаем тонкий слой

поверхностного оксида. После ионного облучения слои Ta и Ti остаются химически разделенными, сохраняя практически одинаковый уровень плоскостности поверхности раздела. Некоторые из кристаллических зерен (в верхних слоях, наиболее подверженных ионному облучению) растут только по ширине. Яркие пятна более сконцентрированы вокруг границы раздела Ta - Ti и на границах зерен. Они могут представлять собой пузырьки Ar или сгруппированные пустоты, темные пятна, видимые как в Ta, так и в Ti, появляются внутри кристаллических зерен, они могут представлять собой дислокационные петли, зародившиеся от выбитых междоузлий. Таким образом выбранная система проявляет высокую стойкость к радиационным повреждениям.

Высокую радиационную стойкость также проявляют НМС на основе W/Co, Bagchi S., Anwar S., Lalla N. P. в своей работе [72] представили результаты взаимодействия тяжелых ионов Au<sup>9+</sup> с энергией 120 МэВ на НМС W/Co. Система W/Co представляла из себя пленки с толщинами индивидуальных слоев 10/20 и 20/20 нм, соответственно. Такая двухслойная структура W/Co повторялась 5 раз, толщина НМС W/Co составляла 150 и 200 нм. Анализ ПЭМ НМС W/Co показал, что: слои W и Co не смешиваются, происходит рекристаллизация Co слоев, данная рекристаллизация увеличивает шероховатость на некогерентных границах раздела W/Co, что увеличивает торможение ионов Au<sup>9+</sup> в НМС.

Последняя выше упомянутая система ГПУ/ОЦК на основе Zr/Nb имеет ряд преимуществ по отношению к другим системам с некогерентными интерфейсами:

- Zr и Nb являются конструкционными материалами для ядерных реакторов, например, сплав Э110 и Э125 из которых изготавливаются конструкционные материалы активных зон ядерных реакторов имеют следующий состав: Zr-1%Nb и Zr-2,5%Nb, соответственно,
- Zr и Nb имеют высокую температуру плавления, коррозионную стойкость и прочность,



- Zr обладает низким сечением захвата тепловых нейтронов.

Вышеупомянутые преимущества вызвали огромный интерес к системе Zr/Nb.

В работе Frutos E. Et al. [73] исследовались механические характеристики НМС Zr/Nb с различной периодичностью толщин бинарных слоев ( $\lambda$ ) 10, 30 и 60 нм, соответственно. Было обнаружено, что при уменьшении  $\lambda$  значение предела текучести,  $\sigma_{2,7}$ , не увеличивается. Для  $\lambda = 60$  нм и  $\lambda = 30$  нм значения  $\sigma_{2,7}$  почти постоянны и равны 1,97 и 1,93 ГПа, соответственно, тогда как для  $\lambda = 10$  нм, предел текучести снижается до значения 1,79 ГПа. Наблюдалось сильное влияние подложки на предел текучести, несмотря на то, что вдавливание происходило меньше чем на 10% от общей глубины покрытия, имело место упругое взаимодействие между индивидуальными слоями и подложкой. Уменьшение значений предела текучести, от 1,93 до 1,79 ГПа при уменьшении  $\lambda$  от 30 до 10 нм обусловлено перемешиванием на границе раздела и наличием больших аморфных областей. Эти аморфные области действуют как сток дислокации, понижая предел текучести. На рисунке 9 также представлены профили твердости после устранения эффекта подложки. Как видно на рисунке 9, для большего отношения  $h/t$  и меньшего  $\lambda$  вклад подложки намного выше. Следовательно, чем ниже толщина отдельного слоя (Nb и Zr), тем больше количество пластически деформированных слоев. Таким образом, чем больше общий пластически деформированный объем ниже вмятины, тем выше вклад подложки. Следовательно, реальные значения твердости,  $H_f$ , соответствуют плато в значениях твердости, так как эти значения свободны от вклада подложки (рисунок 9). Максимальное значение  $H_f$  для  $\lambda = 60$  нм и уменьшается с уменьшением  $\lambda$  с 5,31 до 4,84 ГПа. (На рисунке 9 «Berkovich Hardness (GPa)» - твердость по Берковичу (ГПа), « $h/t$ » - отношения между максимальной глубиной индентирования  $h$  и общей толщиной слоя  $t$ ).

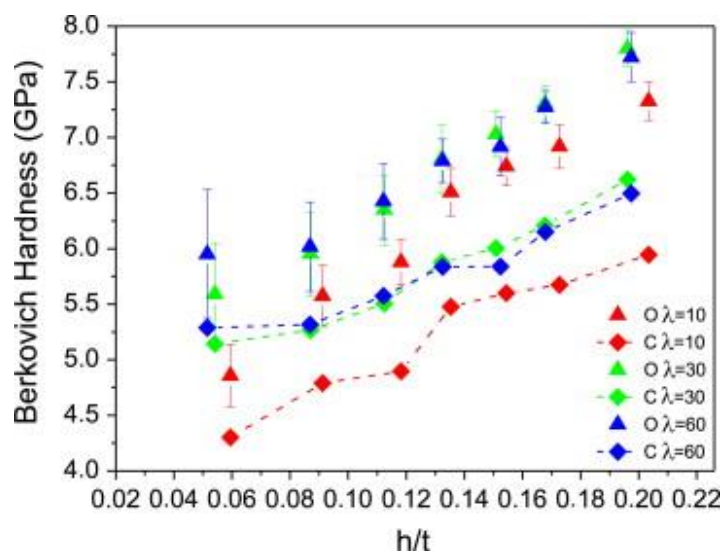


Рисунок 9 - Значения твердости по Берковичу из теста наноиндентирования (O) и действительные значения твердости по Берковичу, рассчитанные (C), как функция отношения между максимальной глубиной индентирования  $h$  и общей толщиной слоя  $t$  для трех периодичностей, исследованных в НМС Zr/Nb [73]

В работе Callisti M. et al. [74] исследовались НМС на основе Zr/Nb с периодичностью бинарных слоев ( $L$ ) в диапазоне 6-167 нм, чтобы выявить механизмы деформации и упрочнения в данных НМС. Прочность НМС Zr/Nb по отношению к  $L$  оценивали методом наноиндентирования. Модель Холла-Петча хорошо описала механизм упрочнения НМС Zr/Nb для  $L > 60$  нм, в то время как усовершенствованная модель CSL (скольжение в ограниченном слое) вошла в картину для  $27 < L < 60$  нм. Модель CSL (Confined Layer Slip) основана на Орованаовском источнике дислокаций, в данной модели учитывается изменение напряжения скольжения как функции от толщины индивидуального слоя ( $h$ ). Пиковая прочность была достигнута для  $L = 27$  нм, в то время как впоследствии произошло снижение твердости при меньшем значении  $L$ , которое не было зафиксировано моделью прочности границы раздела (IBS) (Interface Boundary Strength), с учетом только несоответствия и напряжений Келера. Общая картина действующих механизмов упрочнения на НМС показана на рисунке 10. (На рисунке 10 «Strength» - Прочность, «Layer thickness» - Толщина слоя, «Interface Crossing» - Скольжение сквозь интерфейс, «Deformation involves glide of single dislocations confined to individual layers» -

Деформация включает скольжение отдельных дислокаций, ограниченных отдельными слоями, «Deformation assisted by mechanical advantage of dislocation pile - ups» - Деформация благодаря механическому преимуществу образования леса дислокаций на интерфейсе, «Few nm to a few tens of nm» - От пары нм до десятков нм, «Sub - microns to microns» - От субмикронной толщины до микронной, «nm» - нм).

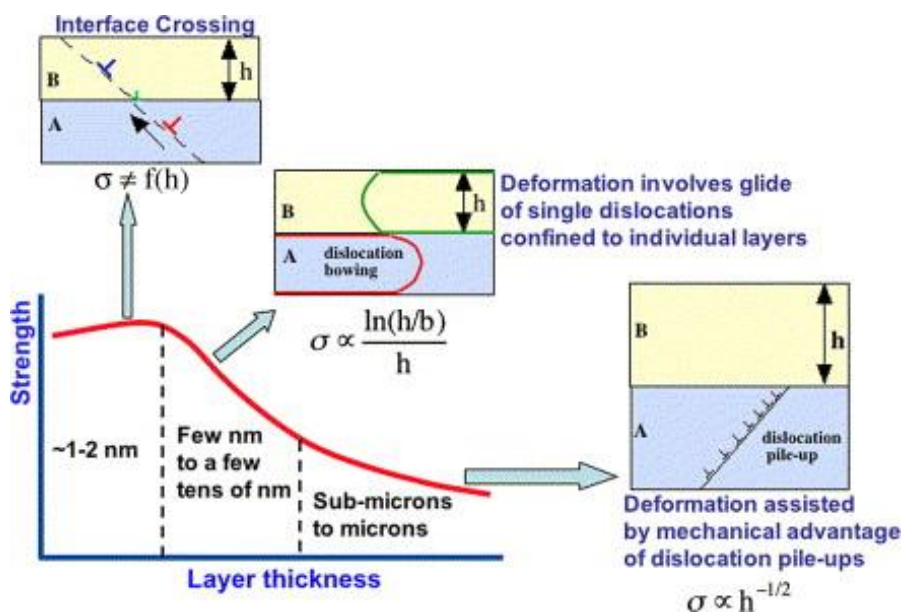


Рисунок 10 - Схематическое изображение дислокационных механизмов

НМС, действующих для разных толщин индивидуальных слоев  $h$  [57]

Структурный анализ сжатых НМС с  $L \leq 27$  нм выявил изменение пластического поведения  $\alpha$ -Zr, которое претерпевало переход от твердого к мягкому. Такой переход был объяснен образованием более слабых границ, которые увеличивали эффективное расстояние между сильными барьерами для передачи дислокации. Кроме того, различная кристаллографическая ориентация, обнаруженная для  $\alpha$ -Zr для  $L = 6$  нм, благоприятствовала скольжению в менее энергетически требовательных системах скольжения. Эти структурные особенности были введены в усовершенствованную модель IBS, которая обеспечила более точное количественное определение прочности для НМС Zr/Nb с малым значением периодичности бинарных слоев  $L < 27$  нм.

В работе Monclús M. A. et al. [75] представлен новый подход, основанный на контролируемом окислении НМС на основе Zr/Nb, для получения прочных и твердых оксидно-металлических нанокompозитных

покрытий с высокой прочностью и хорошей термостойкостью. НМС отжигали на воздухе при 350 °С в течении от 1 до 336 часов. Модуль упругости увеличился на ~ 20%, а твердость на ~ 42% после 15 ч отжига (рисунок 11). Более длительное время отжига не привело к изменению твердости, хотя модуль упругости увеличился до 35% через 336 часов. Слои ГПУ - Zr быстро превращались в моноклинный ZrO<sub>2</sub> (в первые 15 ч), в то время как слои Nb постепенно окислялись от верхней поверхности вниз к подложке с образованием фазы аморфного оксида с гораздо меньшей скоростью (рисунок 11.).

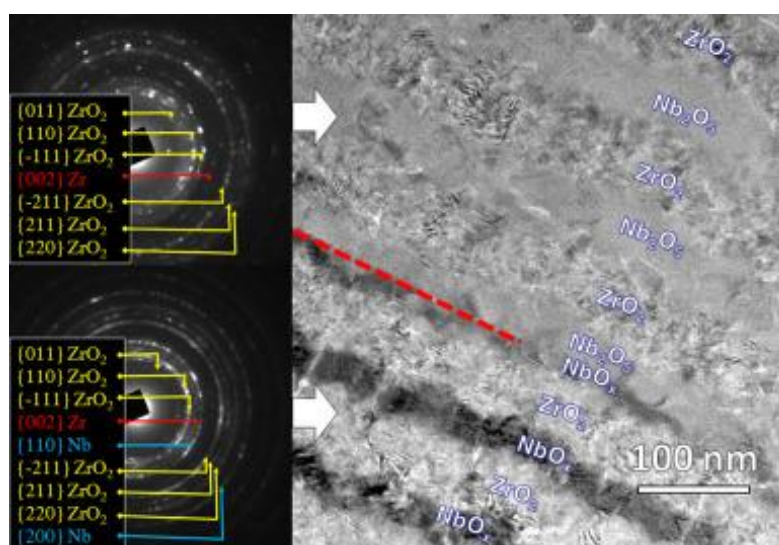


Рисунок 11 - Микрофотографии поперечного сечения светлого поля ПЭМ многослойного Zr/Nb, отожженного в течение 168 ч при 350 °С. Прерывистая красная линия обозначает границу окисления Nb [75]

Последовательное окисление слоев Zr и Nb было ключевым для того, чтобы окисление происходило без разрыва многослойной структуры и без откола покрытия, поскольку пластическая деформация металлических слоев Nb допускала частичное снятие остаточных напряжений, возникающих как результат объемного расширения слоев Zr при окислении. Кроме того, развитие остаточных напряжений привело к дальнейшим изменениям механических свойств в зависимости от времени отжига, что было выявлено методом конечных элементов (Finite Element Method).

Структурная стабильность и механические свойства НМС Zr/Nb подвергнутых облучению ионами Si исследовались в зависимости от толщины

отдельных слоев в работе Callisti M. et al. [76]. Распределение плотности поверхности раздела сыграло главную роль в природе и количестве накопленного радиационного повреждения. (На рисунке 12 «Hardness (GPa)» - Твердость (ГПа), «Pristine» - Не облученный, «Low dose» - Малая доза облучения, «High dose» - Высокая доза облучения, «Bilayer thickness» - толщина двух слоев (периодичность системы НМС), «Radiation-induced structural changes» - Радиационно-индуцированные структурные изменения, «Local effect» - Локальный эффект, «Enhanced interface coherency» - Улучшенная согласованность интерфейса, «Atomic-scale disorder» - Беспорядок на атомном уровне, «Incoherent interface» - Некогерентный интерфейс, «nm» - нм).

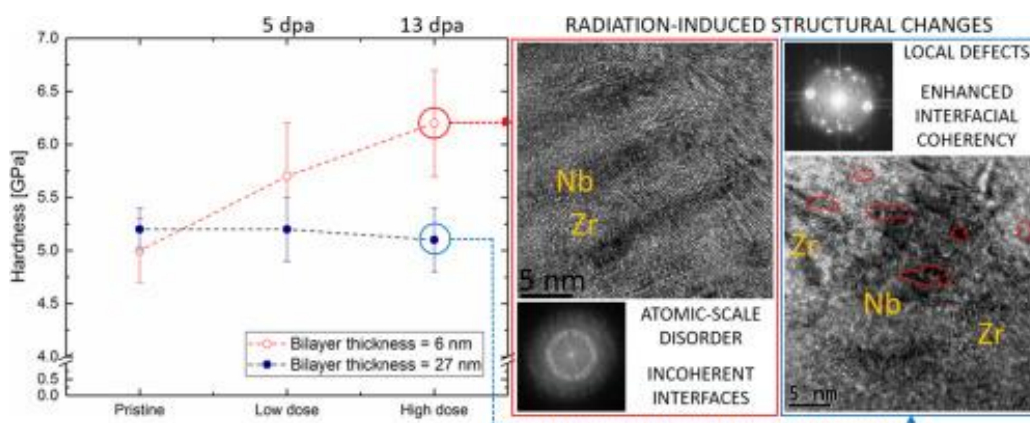


Рисунок 12 - Зависимость твердости от дозы облучения ионами Si на НМС Zr/Nb - слева, объяснение возможных процессов при облучении НМС Zr/Nb - справа. [76]

Для НМС с периодичностью 6 нм облучение ионами Si привело к значительному уровню беспорядка на атомном уровне, что привело к значительному радиационному упрочнению (рисунок 12). Для НМС с периодичностью 27 нм радиационное повреждение имело форму неупорядоченных (аморфоподобных) доменов и иногда нано-пустот. Кроме того, наблюдается увеличение степени межфазной когерентности между слоями в зависимости от дозы облучения. Несмотря на наблюдаемое повреждение, в последнем случае не было обнаружено заметных упрочняющих эффектов. Эта повышенная устойчивость к радиационному повреждению обусловлена балансом между двумя конкурирующими механизмами деформации, главным образом передачей дислокаций через радиационные

(частично) когерентные границы раздела и взаимодействием дислокаций с радиационными дефектами во внутренней части зерен.

Callisti M. et al. в своей работе [77] исследовал взаимодействие НМС Zr/Nb с периодичностью ( $\lambda$ ) 10, 30 и 60 нм с  $\gamma$ -облучением, образцы облучались в течение продолжительного времени (1311 ч)  $\gamma$ -лучами с энергией 1,25 МэВ и дозой 510 кГр.

Для понимания влияния  $\gamma$ -излучения на микроструктуру НМС, было проведено качественное сравнение рентгенограмм, полученных до и после облучения (рисунок 13). Было установлено, что в НМС до облучения Nb испытывал уменьшение напряжения сжатия при увеличении толщины слоя, тогда как Zr испытывал напряжение сжатия при больших толщинах слоев, за исключением  $\lambda = 10$  нм, где растягивающее напряжение создавалось, вероятно, вследствие формирования сверхрешеточной структуры. После облучения картина менялась, а именно, изменение остаточного напряжения при сжатии всегда больше в Nb, чем в структуре Zr, с определенной зависимостью от периодичности. Эти результаты позволяют предположить, что более сильное структурное нарушение генерируется в слоях Nb под действием  $\gamma$ -излучения. (На рисунке 13 «Intensity (Arb. Unit)» - Интенсивность (отн. ед.), « $2\theta$  (deg.)» -  $2\theta$  (град.), «As-deposited» - Исходный образец, « $\gamma$ -ray irradiated» - после облучения  $\gamma$ -лучами, «nm» - нм).



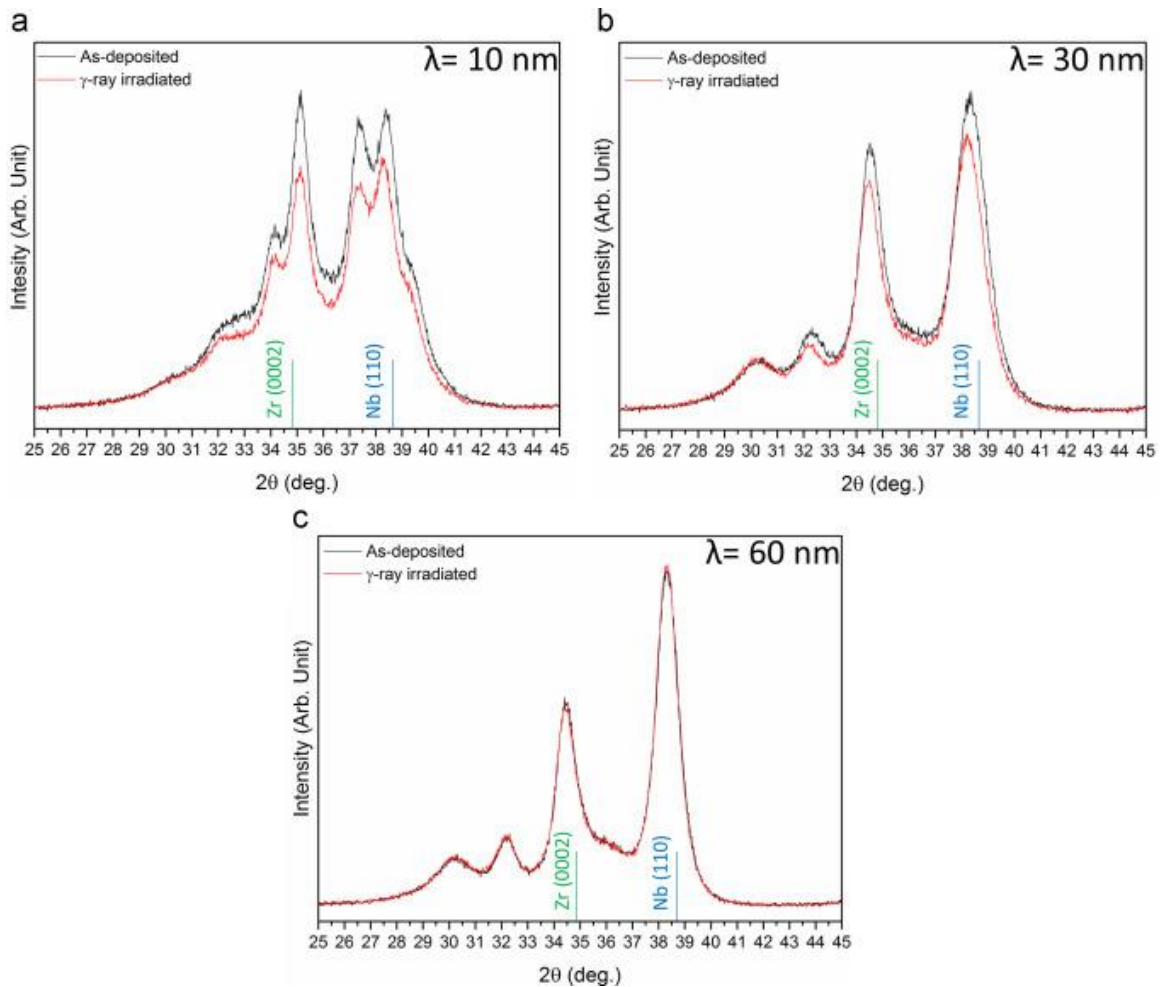


Рисунок 13 - Рентгеноструктурный анализ НМС Zr/Nb до и после облучения с периодичностью: (а) 10 нм, (б) 30 нм и (в) 60 нм [77]

Качественное сравнение рентгенограмм, полученных до и после облучения, выявило прогрессивное увеличение сжимающего напряжения, особенно в слоях Nb, для меньших периодичностей с последующим увеличением твердости. Сочетание меньшего размера зерна и радиационного распределения плотности дефектов, в основном в слоях Nb, является причиной наблюдаемого эффекта радиационной стойкости.

В работе Sen H. S. et al. [78] проводилось *ab-initio* моделирование для исследования механических и электронных свойств шести слойного НМС Zr/Nb с наличием и отсутствием вакансий и атомов He. Когда две поверхности вступают в контакт для создания интерфейса, происходит перенос заряда со стороны Zr на сторону Nb, так что первый слой Zr заряжается положительно, а первый слой Nb заряжается отрицательно (рисунок 14.). (На рисунке 14 «1<sup>st</sup> Nb

layer» - Первый слой Nb, «1<sup>st</sup> Zr layer» - Первый слой Zr, «Interface» - Интерфейс или граница раздела).

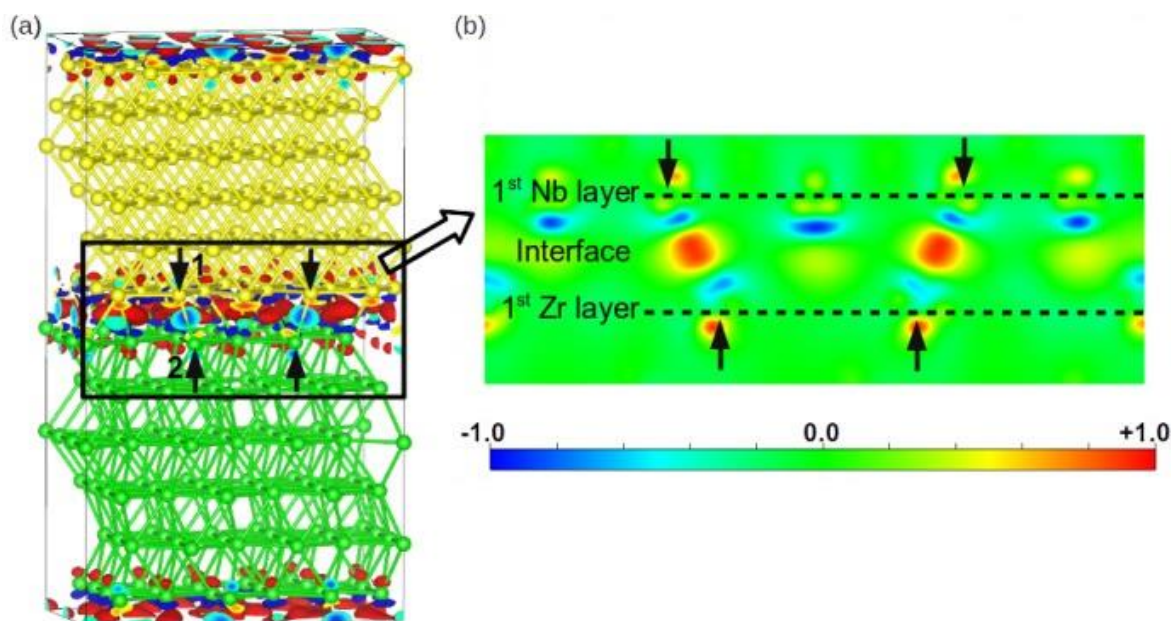


Рисунок 14 - а) Профиль плотности заряда. Зеленые и желтые сферы представляют атомы Zr и Nb, соответственно. Красный и синий цвета представляют места, где электроны накапливаются (отрицательно заряженные) и уменьшаются (положительно заряженные). б) Двухмерный график плотности заряда для поперечного сечения (плоскость  $y = 0$ ), показанный в (а) прямоугольником. Черные стрелки в (а) и (б) указывают положение атомов, которые находятся на поперечном разрезе [78]

Интерфейс, естественно, действует как приемник для вакансий, так и для атомов He. Следовательно, при достаточной энергии (то есть температуре) как атом He, так и вакансия будут притягиваться к границе раздела из окрестности. Когда в системе присутствуют как атом He, так и вакансия, атом He будет перемещаться внутри вакансии, чтобы заполнить пустое пространство, как если бы это был атом замещения. Хотя он не образует никаких связей, он притягивается из-за низкой электронной плотности внутри вакансии. В отсутствие вакансий атомы He будут занимать позиции в первом слое Zr.

Если в системе более одного атома He, вероятно, все они будут втянуты в интерфейс. Однако маловероятно, что они займут одни и те же или соседние



промежуточные участки, поскольку даже один атом Не несколько искажает расположение соседних атомов-хозяев. Два из них на одном и том же месте определенно не подойдут, и один из них будет вынужден сменить местоположение, чтобы снять стресс. Однако, когда есть вакансия, можно удерживать более одного атома гелия внутри, пока он не достигнет максимального размера. Вопрос о том сколько атомов Не поместится внутри вакансии без выполнения дорогостоящих дополнительных вычислений не ясен, но как только пространство внутри вакансии заполнится, возможно, что другие атомы Не будут располагаться вокруг вакансии, в основном в той же или соседних плоскостях, так как взаимодействие между вакансией и Не уменьшает полную энергию и взаимодействие очень быстро сходятся в направлении, перпендикулярном границе раздела. В любом случае, мы ожидаем, что атомы Не будут накапливаться главным образом на стороне циркониевой границы раздела из-за более низкой электронной плотности.

Все вышеперечисленные системы получались методом магнетронного распыления, так как данный метод имеет ряд преимуществ [79]:

- высокая чистота получаемых покрытий;
- возможность управления процессом ионного распыления;
- возможность формирования импульсных потоков вещества, ограниченных во времени, но имеющих большую плотность;
- отсутствие капельной фазы;
- низкая скорость напыления (в случае НМС является плюсом).

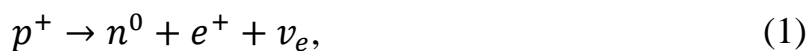
## Глава 2. Материалы и методы

### 2.1. Подготовка образцов

Нано композитные покрытия осаждались методом магнетронного распыления Zr (чистота 99,99%) и Nb (чистота 99,99%) мишеней на подложку монокристаллического Si (100). Общая толщина полученных покрытий составила  $1 \pm 0,1$  мкм, толщина индивидуальных слоев:  $100 \pm 10$ ,  $25 \pm 2$  нм. Многослойная структура была получена путем поочередного открытия и закрытия затворов у каждой из мишени, время подбиралось исходя из скорости осаждения покрытий, которое составляло для Zr 0,1 нм в секунду, для Nb 0,15 нм в секунду, при давлении в камере 0,5 Па. Нанесение происходило в атмосфере аргона, без подогрева подложки. Облучение образцов пучком протонов проводилось на линейном ускорителе ЭСГ–2,5. Энергия пучка составила 900 кэВ для всех образцов, ионный ток составил 2 и 4 мкА, время облучения варьировалось от 30 до 120 минут. Энергия 900 кэВ была выбрана в виду некоторых машинных особенностей ускорителя, при низких энергиях, порядка 100-300 кэВ система стабилизации напряжения не позволяет поддерживать стабильность ионного тока пучка. Перед помещением в камеру ускорителя, для торможения протонов (снижения энергии), образцы были обернуты в алюминиевую фольгу толщиной 11 мкм. Протонное облучение выбрано не случайно, так как дефектообразование при протонном облучении схоже с дефектообразованием при облучении быстрых нейтронов.

### 2.2. Источники позитронов

$\beta^+$  радиоизотопы наиболее часто используются для генерации позитронов для ПАС-исследований. Позитроны испускаются процессом распада:



где  $p^+$  и  $n^0$  обозначает протон и нейтрон, соответственно;

$\nu_e$  - электронное нейтрино;

$e^+$  обозначает позитрон.

Среди  $\beta^+$  радиоизотопов  $^{22}\text{Na}$  (время полураспада 2,6 года) наиболее часто используется для исследований ПАС. Он распадается на  $^{22}\text{Ne}$ , а дочернее ядро дезактивируется эмиссией  $\gamma$ -кванта с энергией 1274 кэВ, так называемым стартовым сигналом. Поскольку время жизни возбужденного состояния  $^{22}\text{Ne}$  составляет несколько пс, только  $\gamma$ -квант испускается практически одновременно с позитроном и обеспечивает, таким образом, важную информацию, в какое время родился позитрон.

Обычные источники  $\beta^+$  радиоизотопного позитрона получают путем герметизации небольшой радиоактивного источника  $^{22}\text{Na}$  (примерно  $\sim 1$  МБк) между двумя тонкими металлическими или полимерными фольгами [80]. Этот источник зажат между двумя частями исследуемого образца, чтобы гарантировать, что позитрон, излучаемый в любом направлении, проникает в образец. Как следствие, всегда существует некоторая доля (несколько процентов) позитронов, аннигилирующих в месте источника позитрона и покрывающей фольге. Этот так называемый вклад источника должен определяться с использованием подходящего эталонного образца и вычитаться из ПАС-спектров [81, 82, 83, 84].

### 2.3. Спектроскопия времени жизни позитронов

Спектроскопия времени жизни [17, 18] основана на измерении разностей во времени между началом и аннигиляционными  $\gamma$ -квантами (рисунок 15). Эти

временные разности соответствуют временам жизни отдельных позитронов. Поскольку временное разрешение имеет решающее значение в спектроскопии времени жизни, то  $\gamma$ -кванты детектируются сцинтилляционными детекторами, состоящими из фотоумножителей, соединенных с быстрыми сцинтилляторами [85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92]. (На рисунке 15 «Start» - старт, «Stop» - стоп, «LT spectroscopy» - Спектроскопия времени жизни позитронов, «Detector» - детекторы, «CDB spectroscopy» - спектрометрия Доплеровского уширения аннигиляционной линии позитронов, «Sample» - образец, « $\gamma_{start}$ » - начальный гамма квант, « $\gamma_{annihilation}$ » - аннигиляционный гамма квант.)

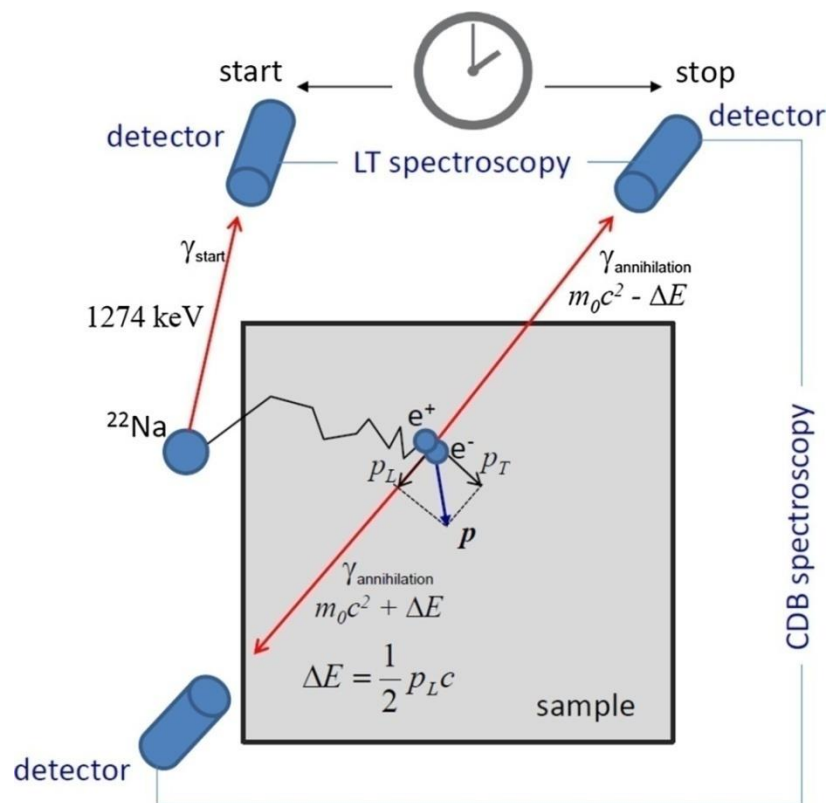


Рисунок 15 - Схематическая иллюстрация наблюдаемых аннигиляций позитронов, измеренная с помощью спектроскопии СВЖП и ДУАЛ [93]

Аннигиляция позитронов - это стохастический процесс. Скорость аннигиляции позитронов  $\lambda$ , т.е. вероятность аннигиляции в единицу времени, получается, как нерелятивистский предел сечения  $\gamma$ -аннигиляции:

$$\lambda = \pi r_0^2 c n_e, \quad (2)$$

где  $r_0$  - классический радиус электрона;

$n_e$  - электронная плотность, встречающаяся позитроном.

Время жизни позитрона  $\tau$  определяется как инверсия скорости аннигиляции позитронов,  $\tau = 1/\lambda$ . Следовательно, путем измерения времени жизни позитронов получается электронная плотность  $n_e$  в образце, «замеченном» позитроном.

СВЖП-спектр представляет собой гистограмму событий аннигиляции позитронов, происходящих в определенные промежутки времени. Пример экспериментального спектра СВЖП показан на рисунке 16. Спектры СВЖП могут быть в общем случае описаны суммой экспоненциальных компонент с относительными интенсивностями  $I_i$  и временами жизни  $\tau_i$ :

$$S_{theor} = \sum_i \frac{I_i}{\tau_i} e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad (3)$$

(На рисунке 16 «Residuals» - отклонение, «Counts» - события, «Chanel» - канал, «Experiment» - спектр, полученный в ходе эксперимента, «Fit» - математическое описание графика, «Free positrons» - свободные позитроны, «Positron strapped in dislocations» - позитроны, захваченные дислокациями, «Source contribution» - вклад источника позитронов.)

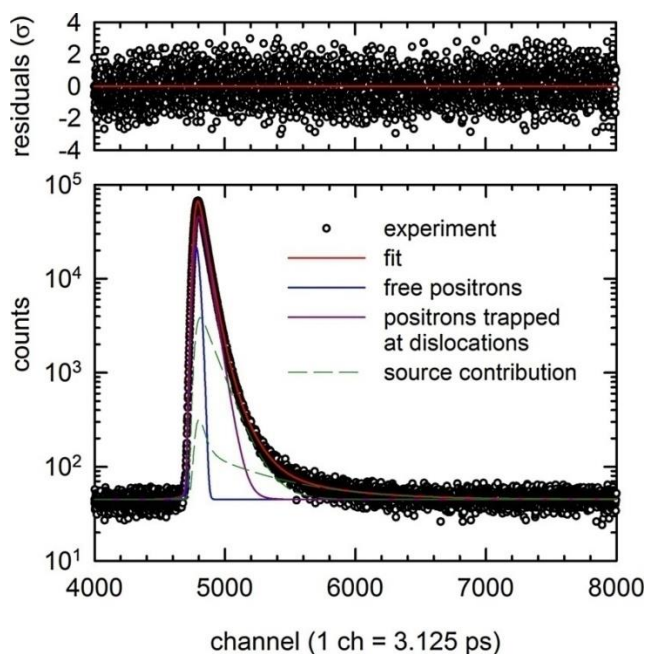


Рисунок 16 - Пример спектра ЛТ [93], измеренного на пластически деформированной стали

На рисунке 16 по размеру спектра нанесена толстая сплошная линия. Спектр состоит из свободной позитронной составляющей со временем жизни

$\tau_1 = (15 \pm 2)$  пс и вкладом позитронов, захваченных на дислокациях с временем жизни  $\tau_2 = (154 \pm 1)$  пс. Вклад источника нанесен пунктирными линиями и состоит из двух компонентов, представляющих вклад аннигилирующих позитронов в исходном пятне и покрывающей фольге. Остаточные величины, выраженные в единицах одного стандартного отклонения, нанесены на верхнюю панель.

#### 2.4. Доплеровское уширение аннигиляционной линии позитронов

Доплеровский сдвиг аннигиляционных  $\gamma$ -квантов вызывает уширение фото-пика аннигиляции в энергетическом спектре  $\gamma$ -квантов. Доплеровское уширение аннигиляционной линии (ДУАЛ) [94, 95] основано на одновременном обнаружении аннигиляционных  $\gamma$ -квантов по совпадению. Энергия аннигиляционных фотонов измеряется детекторами высокой чистоты германия (HPGe) [96], которые позволяют достичь энергетического разрешения около 1 кэВ на линии аннигиляции (энергия 511 кэВ). Измерение в совпадении подавляет случайный фон примерно на три порядка и позволяет исследовать события редких аннигиляций с ядрами электронов. Энергия одного аннигиляционного  $\gamma$ -кванта равна  $E_1 = m_0c^2 + \Delta E$ , а энергия второго  $\gamma$ -кванта равна  $E_2 = m_0c^2 - \Delta E$ . Следовательно, разность энергий аннигиляционных  $\gamma$ -квантов в два раза превышает доплеровский сдвиг,  $E_1 - E_2 = 2*\Delta E$ , а сумма этих энергий равна  $E_1 + E_2 = 2*m_0c^2$ . На рисунке 17 показан пример двумерного спектра ДУАЛ, то есть  $E_1 + E_2 - 2*m_0c^2$ , построенного по сравнению с  $E_1 - E_2$ .

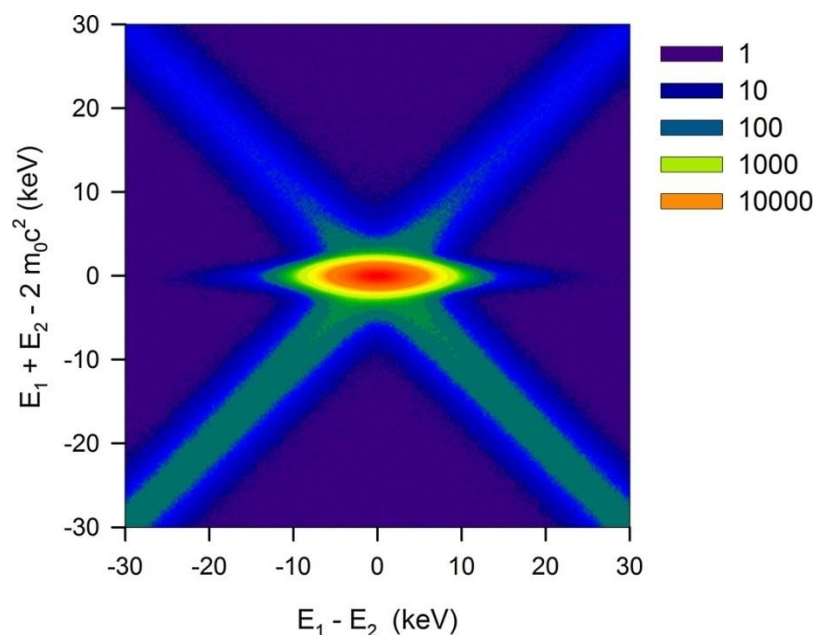


Рисунок 17 - Пример двумерного спектра ДУАЛ [93], измеренный для хорошо отожденного чистого Fe

Двумерный спектр может быть уменьшен до перпендикулярных одномерных разрезов, показанных на рисунке 18. Горизонтальный разрез представляет собой доплеровский уширенный пик аннигиляции (эффект доплеровского уширения умножается на два), а вертикальный разрез представляет собой функцию разрешения устройства.

(На рисунке 18 «E» - энергия позитронов, кэВ, «Counts» - события, «DB profile» - профиль Доплеровского расширения «Resolution function» - разрешающая функция спектрометра.)

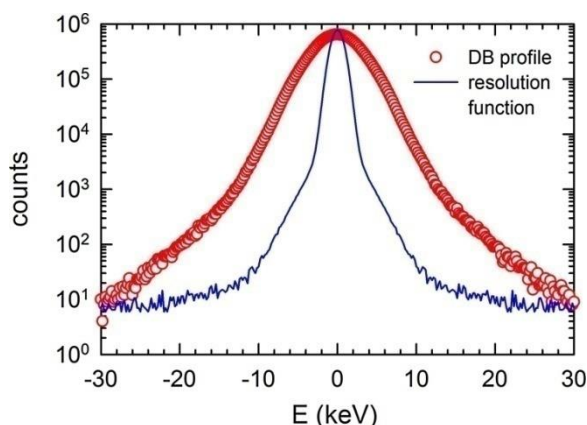


Рисунок 18 - Пример горизонтального и вертикального вырезания из двумерного спектра ДУАЛ [93]

На рисунке 18 горизонтальный разрез, нанесенный на разомкнутые круги, представляет собой профиль доплеровского расширения спектра (ДР).

Вертикальный разрез, построенный сплошной линией, соответствует разрешающей функции спектрометра. Ширина полосы, используемой для горизонтального и вертикального разреза, составляла  $\pm 5$  кэВ.

Доплеровский сдвиг  $\Delta E$  определяется компонентой импульса аннигиляционной пары (рисунок 15). Поскольку импульс термализованного позитрона пренебрежимо мал по сравнению с формой импульсов электронов доплеровского уширенного пика аннигиляции, он определяется распределением импульсов электронов, аннигилированных позитронами. Так как распределение электронов по импульсам уникально для каждого элемента, метод ДУАЛ позволяет идентифицировать химические частицы, окружающие места аннигиляции позитронов [95, 97].

## 2.5. Пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия с переменной энергией

Метод позитронной спектроскопии с переменной энергией зарекомендовал себя как один из лучших методов изучения дефектной структуры материала на определенной глубине. Выше сказанные слова доказаны во многих исследованиях [98-122]. Установка на позитронных пучках с переменной энергией описанная ниже находится в ОИЯИ ЛЯП г. Дубна. На рисунке 19 изображена сама установка, для ПАС используется только определенная ее часть, т.к. позитроны в данной установке могут быть использованы как для метода ПАС, так и для проекта LEPTA (Low Energy Particle Toroidal Accumulator).



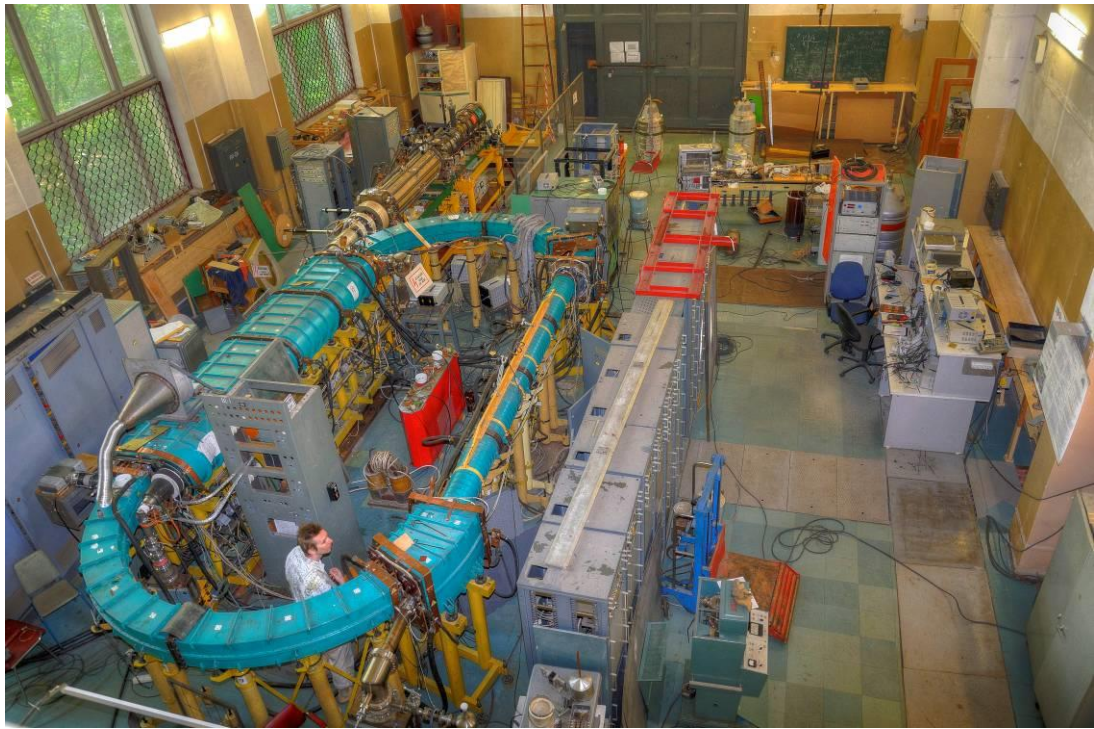


Рисунок 19 - Общий вид комплекса: 1 - источник позитронов, 2 - позитронная ловушка, 3 - канал инжекции позитронов, 4 - септумные соленоиды, 5 - кикер (внутри септумного соленоида), 6 - тороидальные соленоиды, 7 - соленоид и квадрупольная обмотка, 8 - секция электронного охлаждения, прямолинейный соленоид, 9 - электронная пушка, 10 - электронный коллектор, 11 - источники питания; 12 - экспериментальный канал, 13 - пульт управления

Криогенный Источник Медленных Монохроматических Позитронов (КРИММП) является ключевым элементом инжектора медленных позитронов. Высокоэнергичные позитроны, испускаемые при распаде изотопа  $^{22}\text{Na}$ , попадают в твердотельный замедлитель, где теряют свою энергию на ионизационных потерях и (ниже порога ионизации) через создание пары электрон - дырка и возбуждение экситонов и фононов замедляются до тепловых скоростей. В качестве замедлителя выбран твердый неон. Это необходимо, т.к. позитроны, испускаемые изотопом  $^{22}\text{Na}$ , имеют широкий энергетический спектр с максимумом при энергии около 200 кэВ (рисунок 20). Для формирования из этого спектра монохроматического пучка позитронов низкой энергии

используется замедлитель, который характеризуется эффективностью замедления  $\varepsilon$  и шириной спектра медленных позитронов.

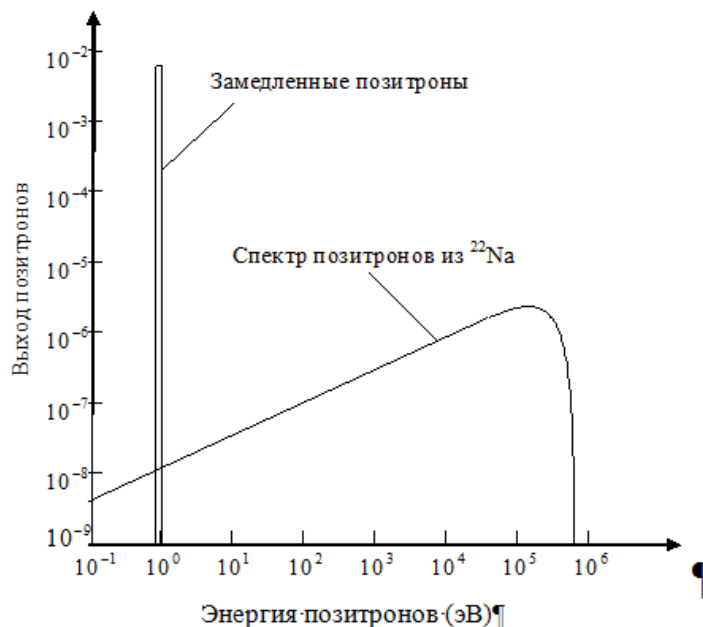


Рисунок 20 - Спектр позитронов, эмитируемых  $^{22}\text{Na}$  до и после намораживания неона на выходной фольге эмиттера

Для достижения максимального выхода медленных позитронов из замедлителя толщину слоя твердого неона необходимо подобрать примерно равной ионизационной длине пробега позитрона при энергии, соответствующей максимуму спектра позитронов, эмитируемых  $^{22}\text{Na}$  (рисунок 20). В результате замедления в твердом неоне из широкого спектра позитронов, эмитируемых  $^{22}\text{Na}$ , формируется непрерывный спектр медленных монохроматических позитронов (рисунок 20).

В основном в источниках, использующих в качестве замедлителя твердый неон, процесс «выращивания» замедлителя начинают с охлаждения подложки эмиттера до температуры порядка 5К, после чего в вакуумную камеру, куда помещен радиоактивный изотоп, напускают газообразный неон, часть которого конденсируется на подложке, формируя твердый замедлитель.

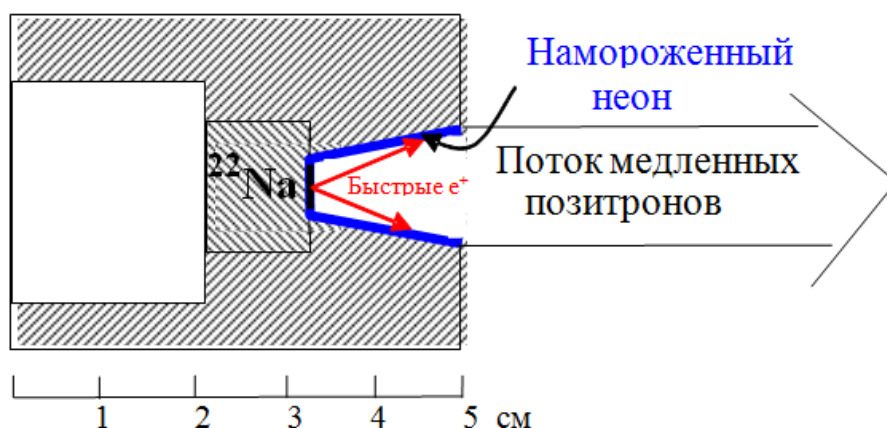


Рисунок 21 - Блок эмиттера позитронов

Процесс заморозки замедлителя начинается после того, как в охлажденной подложке устанавливается стационарная температура. Основными элементами линии напуска неона, позволяющими контролировать толщину слоя замороженного неона, являются мерный объем и дроссель с большим импедансом  $Z$ .

С ростом толщины замедлителя происходит рост выхода медленных позитронов. Максимум выхода медленных позитронов соответствует толщине замедлителя 130 мкм. Средний поток позитронов  $5 \cdot 10^6 - 10^7$  позитронов в секунду. Такую интенсивность потока можно получить от радиоактивного изотопа  $^{22}\text{Na}$  активностью 25-50 мКи.

Ускорение частиц осуществляется статическим электрическим полем в зазоре проходного изолятора (рисунок 22, позиция 11), отделяющего часть инжектора, «подвешенную» под потенциал (1-10 кВ), от части канала и кольца, имеющих нулевой потенциал. Ускоряющий зазор имеет электрод специальной формы, обеспечивающей адиабатическое ускорение частиц.

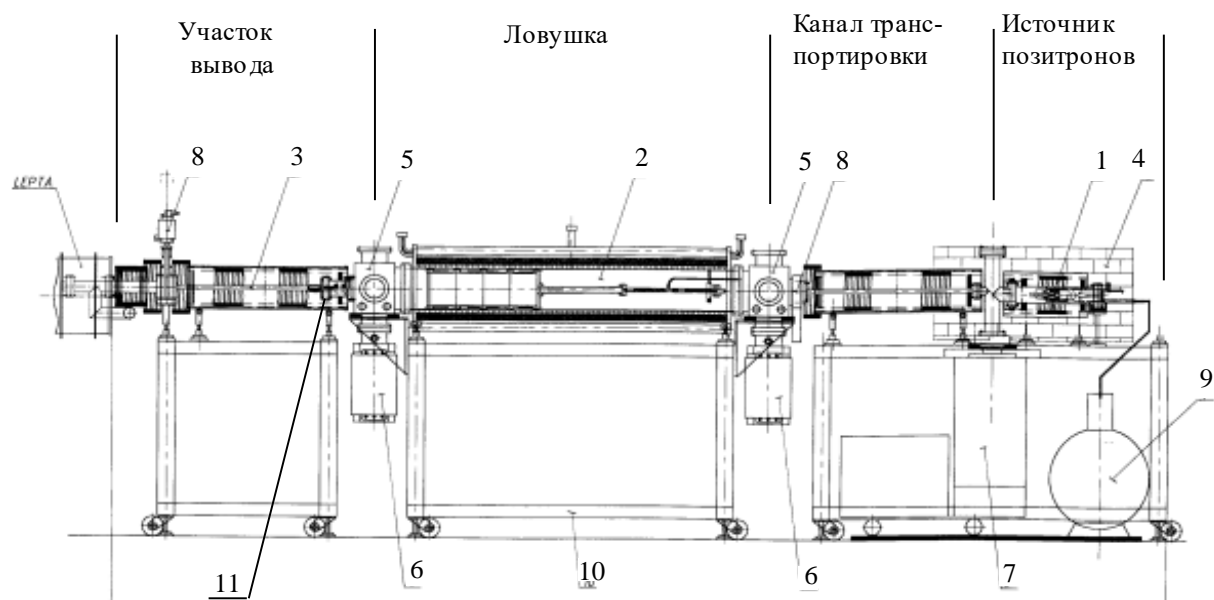


Рисунок 22 - Импульсный инжектор позитронов: 1 - источник позитронов, 2 - позитронная ловушка, 3 - участок инжекции позитронов в накопитель, 4 - радиационная защита, 5 - вакуумный пост, 6 - магниторазрядный насос, 7- турбомолекулярный насос, 8 - шибер, 9 - сосуд Дьюара, 10 - опора, 11 - проходной изолятор

Для ПАС не нужно наличие позитронной ловушки, данный участок установки является общим участком для двух установок LEPТА и ПАС (рисунок 19).

После замедлителя пучок моноэнергичных позитронов с энергией 50 эВ попадает в канал транспортировки. Кроме того, канал транспортировки используется для сепарации позитронов по энергии: оси вакуумных камер источника позитронов и канала транспортировки смещены относительно друг друга по вертикали, а специальная суперпозиция продольного поля соленоидов и дополнительного поперечного магнитного поля обеспечивает попадание в ловушку только медленных позитронов. Откачка всех узлов инжектора производится безмасляными насосами, так как позитроны активно аннигилируют на молекулах углеводородов.

Метод доплеровской ПАС используется в настоящее время на инжекторе позитронов. Спектрометр ДУАЛ выполнен по стандартной схеме (рисунок 23). Он состоит из высоковольтного источника, H<sub>p</sub>Ge детектора, предусилителя,

многоканального анализатора и компьютера. Для регистрации гамма кванта, рождающегося при аннигиляции позитрона, используется HpGe детектор фирмы BalticScientificInstruments. Детектор имеет следующие параметры: относительная эффективность регистрации 1.33 МэВ  $\gamma$ -квант (по стандарту IEC 60973) равна 30 %; разрешение по энергии (полная ширина на полувысоте на 511 кэВ) менее 1.25 кэВ; энергетический диапазон работы детектора лежит в диапазоне от 40 кэВ до 10 МэВ. Детектор питается от источника напряжения 6 кВ, выполненного в стандарте NIM той же компанией. (На рисунке 23 «HV power» - Источник питания ВН, «HpGe detector» - Ge детектор высокой частоты, «preamplifier» - предусилитель, «amplifier» - усилитель, «MC analyzer» - многоканальный анализатор).

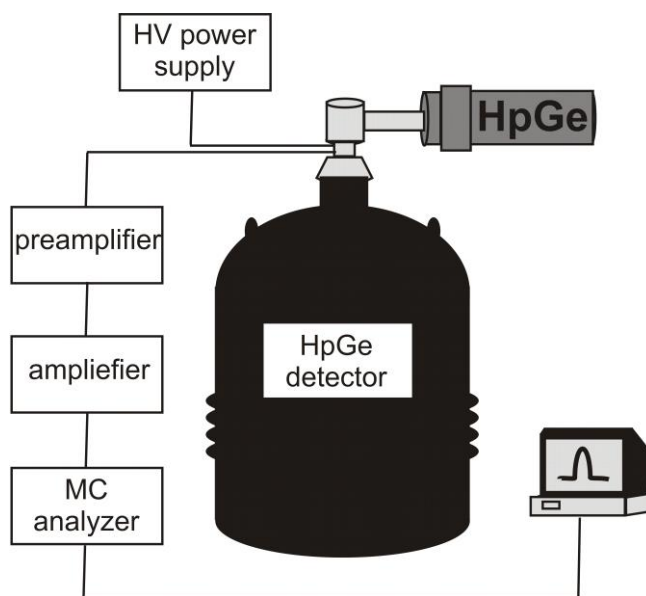


Рисунок 23 - Схема спектрометра ДУАЛ

Исследуемые образцы помещаются в вакуумную камеру на выходе ловушки на оси прямого потока позитронов из КРИММП (потенциалы электродов ловушки в этом случае равны нулю). Образцы размещены на подвижном изолированном вакуумном вводе, на который подается регулируемый отрицательный потенциал до 35 кВ. Аннигиляционные  $\gamma$ -кванты регистрируются HpGe детектором, который при энергии кванта 511 кэВ имеет разрешение 1,2 кэВ. Детектор помещен в углублении («кармане») вакуумной камеры максимально близко к облучаемому образцу.



Сигнал после прохождения детектора (предусилитель встроен в детектор) усиливается в усилителе ORTEC 572 А и поступает на мультисканальный анализатор TUKAN 8k с 8192-канальным разрешением, который связан с компьютером. Таким образом получается спектр процесса аннигиляции и вычисляются S-, W- параметры. Примерное время измерения около одного часа.

## 2.6. Оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда

В ОЭС-ТР распыление и возбуждение являются двухэтапным процессом [26, 27, 28, 29]. Когда плоский образец помещается перпендикулярно к медной анодной трубке, уплотнительное кольцо плотно закрывает вакуумную камеру. После того, как источник вакуумирован и достигается соответствующее давление благородного газа (чаще аргона), плазму инициируют путем приложения высокого потенциала между анодной трубкой и образцом. Это приводит к электрическому пробое разряда газа и электронов и положительно заряженных ионов аргона (рисунок 24).

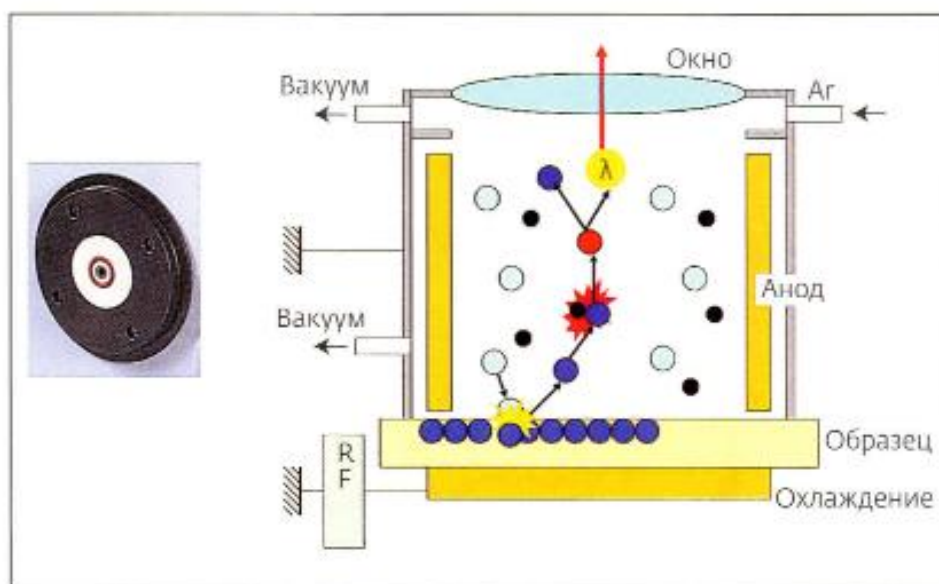


Рисунок 24 - Устройство лампы тлеющего разряда [21]

В электрическом поле ионы аргона ускоряются к поверхности образца катода. Когда ионы попадают на поверхность с достаточной энергией, происходит высвобождение поверхностного материала в плазму. Так называемое распыление обеспечивает непрерывное удаление материала, которое необходимо для профилирования глубины. После входа в плазму распыленный материал подвергается процессам столкновения. Таким образом, наиболее важными процессами являются электронное возбуждение посредством столкновений с энергичными электронами плазмы и ионизация путем столкновения либо с энергетическими электронами, либо с метастабильными видами плазмы. ОЭС-ТР основана на обнаружении фотонов, испускаемых этими возбужденными состояниями в плазме, с помощью фотоумножителей или ПЗС в моно- или полихроматорах.

Новые разработки в ОЭС-ТР открыли путь для новых применений при анализе проводящих и непроводящих тонких и ультратонких пленок. Новые радиочастотные источники с интегрированными датчиками напряжения и тока позволяют напрямую измерять напряжение источника, ток, а также потери мощности, обеспечивая тем самым лучший контроль над разрядом и возможность точной калибровки с использованием нескольких матриц. Учитывая высокие скорости распыления в ОЭС-ТР, основным плюсом является возможность использовать радиочастотный источник в импульсном режиме, тем самым снижая скорость распыления. Помимо улучшения разрешения глубины путем оптимизации дополнительных параметров, таких как длительность импульса и рабочий цикл, импульсные разряды позволяют снизить тепловое воздействие, что важно для анализа изоляторов, поскольку эти образцы или слои часто являются плохими тепловыми проводниками. Кроме того, импульсные разряды позволяют воспроизводить измерения с улучшенными пределами обнаружения и более низкой самоабсорбцией, позволяя обнаруживать меньшее количество материала, присутствующего в тонких слоях. В данном исследовании будет использован спектрометр тлеющего разряда GD - Profiler 2.

## Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

### 4.1. Анализ аналогичных конкурентных технических решений с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности

С целью успешного вывода разработки на рынок, необходимо постоянно и систематически проводить анализ аналогичных товаров конкурирующих групп, т.к. новые разработки постоянно появляются и изменяются с течением времени. Анализ группы конкурирующих товаров необходимо проводить с целью внесения, в научное исследование, важных корректировок и исправлений, целью которых является постоянное повышение конкурентоспособности товара (разработки) на рынке. Рассматривая вышеописанный анализ с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности, мы получаем группу показателей сравнительной эффективности научной разработки и определяем пути и возможности ее развития и востребованности в обозримом будущем. В качестве разработанного технического решения, представленного в данной работе, является разработка метода анализа тонкопленочных материалов с помощью оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда. Данная методика является модифицированной стандартной методики. Однако, основным недостатком стандартной методики является высокая скорость распыления, что не позволяет распылять тонкопленочные материалы. Данный факт был устранен при разработке новой методики.

К1 - методика качественного анализа тонкопленочных материалов с помощью спектрометра GD-Profilер 2 фирмы Horiba Jobin Yvon.

Для проведения вышеописанного анализа, используем оценочную карту, приведенную в таблице 4.



Таблица 4 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		БФ	БК1	ККФ	КК1
1	2	3	4	6	7
<b>Технические критерии оценки ресурсоэффективности</b>					
1) Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,2	4	4	0,8	0,8
2) Помехоустойчивость	0,05	4	2	0,2	0,1
3) Энергоэкономичность	0,05	4	4	0,2	0,2
4) Надежность	0,1	4	3	0,4	0,3
5) Уровень шума	0,05	5	5	0,25	0,25
6) Безопасность	0,01	5	5	0,05	0,05
7) Простота эксплуатации	0,05	4	5	0,2	0,2
8) Качество интеллектуального интерфейса	0,03	5	5	0,015	0,015
9) Возможность подключения в сеть ЭВМ	0,02	5	5	0,1	0,1
10) Быстрота обработки полученных результатов	0,1	4	5	0,4	0,5
11) Компактность	0,02	5	5	0,1	0,1
12) Необходимость контролирования выполняемых процессов оператором установки	0,05	4	5	0,2	0,25
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>					
1) Конкурентоспособность продукта	0,05	4	4	0,2	0,2
2) Уровень проникновения на рынок	0,02	5	5	0,1	0,1
3) Цена	0,03	4	4	0,12	0,12
4) Предполагаемый срок эксплуатации	0,02	4	4	0,08	0,08
5) Послепродажное обслуживание	0,01	4	4	0,04	0,04
6) Финансирование научной разработки	0,08	4	5	0,32	0,4
7) Срок выхода на рынок	0,05	4	4	0,2	0,2
8) Наличие сертификации разработки	0,01	4	4	0,04	0,04
Итого	1	87	86	4,015	4,009

По итогам анализа, представленным в карте сравнения оценок конкурентных разработок (технических решений), можно сделать вывод, что разработанная методика тонкопленочного анализа с использованием радиочастотного источника переменного тока опережает своих конкурентов по

многим показателям. А именно таким как удобство в эксплуатации, количество потребления энергии, безопасность, простота в эксплуатации и т.д. Экономические показатели оценки эффективности разработки превосходят своего основного конкурента по ряду факторов. Имея в своём арсенале целый ряд преимуществ перед конкурирующими разработками (техническими решениями), представленная методика тонкопленочного анализа с использованием радиочастотного источника переменного тока обладает более высокими показателями уровня качества и способности конкурировать с другими разработками при стандартном наборе определяющих параметров.

#### 4.2. Организация и планирование работ

Определяющим фактором выражения основной части стоимости научно-технической разработки являются заработные платы лиц, задействованных в реализации проекта. В связи с этим, наиболее важным моментом является максимально точное определение трудозатрат каждого из участников проекта [125].

Таблица 5 - Перечень работ и продолжительность их выполнения

Этапы работы	Исполнители	Загрузка исполнителей
Разработка технического задания	Науч. руководитель (НР)	НР - 100%
Выбор направления исследований	Науч. руководитель (НР) Студент-инженер (СИ)	НР - 90% СИ - 10%
Теоретические и экспериментальные исследования	Студент-инженер (СИ) Науч. руководитель (НР)	НР - 50% СИ - 50%
Обобщение и оценка результатов	Науч. руководитель (НР) Студент-инженер (СИ)	НР - 30% СИ - 70%
Разработка технической документации	Науч. руководитель (НР) Студент-инженер (СИ)	НР - 20% СИ - 80%
Изготовление исследуемых образцов	Студент-инженер (СИ) Науч. руководитель (НР)	НР - 60% СИ - 40%
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	Студент-инженер (СИ)	СИ - 100%

#### 4.2.1. Продолжительность этапов работ

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день [126]. Для расчета предполагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу (формула 6):

$$t_{ож} = \frac{3t_{min} + 2t_{max}}{5}, \quad (6)$$

где  $t_{ож}$  - ожидаемая трудоёмкость выполнения работы чел.-дн.;

$t_{min}$  - минимально возможная трудоёмкость выполнения работы чел.-дн.;

$t_{max}$  - максимально возможная трудоёмкость выполнения работы, чел.-дн.

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для научного руководителя (формула 7):

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 5}{5} = 3,2 \text{ чел. -дн.} \quad (7)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для студента-инженера (формула 8):

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 90 + 2 \cdot 180}{5} = 126 \text{ чел. -дн.} \quad (8)$$

Рассчитав ожидаемую трудоёмкость работ, определим продолжительность каждой работы в рабочих днях  $T_{РД}$ , учитывая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, по следующему соотношения (формула 9):

$$T_{РД} = \frac{t_{ож}}{K_{ВН}} * K_{Д}, \quad (9)$$

где  $T_{РД}$  - продолжительность одного этапа работы, раб.дн.;

$t_{ож}$  - продолжительность работы, дн.;

$K_{ВН}$  - коэффициент выполнения работ, учитывающий влияние внешних факторов на соблюдение предварительно определенных длительностей, в частности, возможно  $K_{ВН} = 1$ ;

$K_{Д}$  - коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию не предвиденных задержек и согласование работ,  $K_{Д} = 1$ .

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для научного руководителя (формула 10):

$$T_{РД} = \frac{3,2}{1} = 3,2 \text{ раб. дн.}, \quad (10)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для студента-инженера (формула 11):

$$T_{РД} = \frac{126}{1} = 126 \text{ раб. дн.} \quad (11)$$

Для проведения научного исследования, представленного в выпускной квалификационной работе, выбирают специальную узко направленную научную тему. Для этого строится специальный ленточный график проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Для построения графика необходимо перевести рабочие дни в календарные дни, для чего воспользуемся следующим соотношением (формула 12):

$$T_{КД} = T_{РД} * T_{К}, \quad (12)$$

где  $T_{КД}$  - продолжительность выполнения этапа в календарных днях;

$T_{К}$  - коэффициент календарности, определяющийся выражением (формула 13):

$$T_{К} = \frac{T_{КАЛ}}{T_{КАЛ} - T_{ВД} - T_{ПД}}, \quad (13)$$

где  $T_{КАЛ}$  - количество календарных дней в году;

$T_{ВД}$  - количество выходных дней в году;

$T_{ПД}$  - количество праздничных дней в году.

Рассчитаем коэффициент календарности (формула 14):

$$T_k = \frac{365}{365 - 52 - 10} = 1,205 \quad (14)$$

Далее необходимо построить таблицу по результатам расчетов, в которой необходимо указать трудоемкость работы, название работы, а также указать длительность работ в рабочих и календарных днях.

Таблица 6 - Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ						Длитель. работ в рабочих днях $T_{RD}$		Длитель. работ в календар. днях $T_{KD}$	
	$t_{min}$ , чел-дни		$t_{max}$ , чел-дни		$t_{ож}$ , чел-дни					
Исполнители	НР	СИ	НР	СИ	НР	СИ	НР	СИ	НР	СИ
Разработка технического задания	2		5		3,2		3,2		3,9	
Выбор направления исследований	2	4	4	8	2,8	5,6	2,8	5,6	3,4	6,8
Теоретические и экспериментальные исследования	5	30	10	35	7	32	7	32	8,4	38,6
Обобщение и оценка результатов	1	5	2	10	1,4	7	1,4	7	1,7	8,4
Разработка технической документации	6	20	12	25	8,4	22	8,4	22	10,1	26,5
Изготовление опытного образца	4	10	8	15	5,6	12	5,6	12	6,8	14,5
Оформление отчета по НИР		25		30		27		27		32,5
Итого					28,4	105,6	28,4	105,6	34,3	127,3

На основании таблицы 6 был построен календарный план-график (Приложение А).

Таблица 7 - Исполнители календарного план-графика

Научный руководитель	
Студент-инженер	

#### 4.3. Бюджет научного исследования

#### 4.3.1. Расчет материальных затрат

Расчет материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта:

- приобретаемые со стороны сырье и материалы;
- покупные материалы, используемые в процессе создания научно-технической продукции;
- покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, подвергающиеся в дальнейшем монтажу или дополнительной обработке;
- сырье и материалы, покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, используемые в качестве объектов исследований и для эксплуатации, технического обслуживания и ремонта изделий.

Таблица 8 - Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед.,руб.	Сумма, руб.
Круг ниобиевого сплава НБ 1-0	кг	1	12500	12500
Круг циркониевого сплава Э100	кг	1	7500	7500
Баллон с газом (аргон особой чистоты)	шт	1	8800	8800
Кремниевая подложка	шт	25	120	3000
Халат	шт.	1	500	500
Резиновые перчатки	шт.	4	21	84
Спирт	мл	100	67	7
<b>Итого:</b>				<b>32391</b>

Для выполнения выпускной квалификационной работы использовался спектрометр тлеющего разряда GD-Profilер 2 фирмы Horiba Jobin Yvon, работа которого основана на оптической эмиссии возбужденных атомов в плазме тлеющего разряда, необходимый для проведения работ по научной теме. В качестве расходного материала для данного анализатора используется газообразный аргон особой чистоты, как рабочий газ плазмы, являющийся обязательным материалом для проведения анализа.

С учетом транспортно-заготовительных расходов (ТЗР) в 10% материальные затраты составляют (формула 15):

$$C_{\text{мат}} = 32391 * 1,1 = 35630,1 \text{ руб.} \quad (15)$$

#### 4.3.2. Расчет заработной платы

Для вычисления основной заработной платы необходимо учесть научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, участвующих в выполнении выпускной квалификационной работе [126].

Среднедневная тарифная заработная плата рассчитывается по формуле 16:

$$Z_{\text{дн-т}} = \frac{MO}{25,083}, \quad (16)$$

где MO - месячный должностной оклад работника, руб.

В таблице 9 произведен расчет заработной платы.

Таблица 9 - Расчёт основной заработной платы

Исполнители	Оклад, руб/мес	Среднедневная ставка, руб/раб. день	Затраты времени, раб. дни	Коэффициент	Фонд з/платы, руб
НР	33664	1342,09	28	1,699	63845,91
СИ	15470	616,75	106	1,62	107906,58
<b>Итого:</b>					<b>171752,49</b>

#### 4.3.3. Расчет затрат на социальный налог

Затраты на единый социальный налог (ЕСН), включающий в себя отчисления в пенсионный фонд, на социальное и медицинское страхование, составляет 30% от полной заработной платы по проекту (формула 17):

$$C_{\text{соц}} = 171752,49 * 0,3 = 51525,747 \text{ руб.} \quad (17)$$

#### 4.3.4. Расчет затрат на электроэнергию

Потребляемая мощность анализатора составляет 7кВт/час. Длительность еженедельной работы на анализаторе составляет 2 часа. Стоимость электроэнергии в Томске составляет 5,748 рубля за 1 кВт/час. Следовательно, стоимость электропотребления за 5 месяцев составляет (формула 18):

$$C_{\text{эл.об.}} = P_{\text{об}} * Ц_{\text{э}} * t_{\text{об}}, \quad (18)$$

где  $P_{\text{об}}$  - мощность, потребляемая оборудованием, кВт;

$Ц_{\text{э}}$  - тариф на 1 кВт·час;

$t_{\text{об}}$  - время работы оборудования, час.

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведен в таблице 10.

Таблица 10 - Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Время работы оборудования $t_{\text{об}}$ , час	Потребляемая мощность $P_{\text{об}}$ , кВт	Затраты $Э_{\text{об}}$ , руб.
Персональный компьютер	884,8*0,6	0,3	915,45
Спектрометр GD-Profiler 2	40	7	1609,44
<b>Итого:</b>			<b>2524,89</b>

#### 4.3.5. Расчет амортизационных расходов

Средства на приобретение спектрометра не затрачивались, так как спектрометр уже был приобретен кафедрой. Необходимо рассчитать амортизационные отчисления на данный вид оборудования.

Срок полезного использования анализатора составляет 10 лет, поэтому норма амортизации равна (формула 19):

$$H_a = \frac{1}{n} * 100 = \frac{1}{10} * 100 = 10\% \quad (19)$$

где  $H_a$  - норма амортизации в процентах,



$n$  - срок полезного использования в годах.

Первоначальная стоимость оборудования составляет 7 000 000 рублей.

Из этого следует, что годовая сумма амортизации составит (формула 20):

$$C_{AM} = \frac{C_{OB} * H_a * t_{pф}}{F_d} = \frac{7000000 * 0,1 * 40}{200} = 140000 \text{ руб.}, \quad (20)$$

где  $C_{OB}$  - первоначальная стоимость оборудования;

$t_{pф}$  - фактическое время работы оборудования в ходе выполнения проекта, учитывается исполнителем проекта;

$F_d$  - действительный годовой фонд времени работы соответствующего оборудования.

Первоначальная стоимость персонального компьютера составляет 45 000 рублей. Из этого следует, что годовая сумма амортизации составит (формула 21):

$$C_{AM} = \frac{C_{OB} * H_a * t_{pф}}{F_d} = \frac{45000 * 0,4 * 884,8}{2384} = 6680,54 \text{ руб.} \quad (21)$$

#### 4.3.6. Расчет прочих расходов

Прочие расходы научного исследования составляют 10 % от суммы всех предыдущих расходов, а именно (формула 22):

$$\begin{aligned} C_{\text{проч}} &= (C_{\text{мат}} + C_{\text{зп}} + C_{\text{соц}} + C_{\text{эл.об}} + C_{AM}) \\ &= (35630,1 + 171752,49 + 51525,747 + 2524,89 \\ &\quad + 146680,54) * 0,1 = 40811,3767 \text{ руб.} \end{aligned} \quad (22)$$

#### 4.3.7. Расчет общей себестоимости разработки

Формирование бюджета научно-исследовательского проекта является основой для определения бюджета затрат проекта, и формируется исходя их

вышеприведенных расчетов. Результатом является таблица 11 расчетов бюджета затрат проекта.

Таблица 11 - Расчет бюджета затрат на разработку проекта

Статья затрат	Условные обозначения	Сумма, руб
Материалы и покупные изделия	$C_{\text{мат}}$	35630,1
Основная заработная плата	$C_{\text{зп}}$	171752,49
Отчисления в социальные фонды	$C_{\text{соц}}$	51525,747
Расходы на электроэнергию	$C_{\text{эл}}$	2483,5
Амортизационные отчисления	$C_{\text{ам}}$	146680,54
Прочие расходы	$C_{\text{проч}}$	40811,3767
<b>Итого:</b>	<b>C</b>	<b>408113,767</b>
Прибыль	$C_{\text{приб}} = C * 20\%$	81622,753
НДС	$\text{НДС} = (C_{\text{приб}} + C) * 20\%$	97947,304
<b>Цена разработки НИР</b>		<b>587683,824</b>

#### 4.4. Определение сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета, с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по формуле 23:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (23)$$

где  $\Phi_{pi}$  - стоимость  $i$ -го варианта исполнения;

$\Phi_{max}$  - максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по формуле 24:

$$I_{pi} = \sum a_i * b_i, \quad (24)$$

где  $a_i$  - весовой коэффициент  $i$ -го варианта исполнения разработки;

$b_i$  - балльная оценка  $i$ -го варианта исполнения разработки.

В таблице 12 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта. Под исполнением 1 представлена методика качественного анализа материалов, заложенная в программе как базовая.

Таблица 12 - Сравнительная оценка характеристик

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Данный проект	Исполнение 1
Способствует росту производительности труда пользователя	0,25	5	5
Соответствует требованиям потребителей	0,15	4	4
Энергосбережение	0,2	4	3
Надежность	0,2	4	5
Материалоемкость	0,2	5	4
Интегральный показатель ресурсоэффективности		4,45	4,25

Характеристики имеют схожие критерии, так как методики реализованы для одного прибора. Каждая из представленных методик реализована для определенной задачи.

Пример расчета интегрального показателя ресурсоэффективности:

$$I_p = 0,25 * 5 + 0,15 * 4 + 0,2 * 4 + 0,2 * 4 + 0,2 * 5 = 4,45 \quad (25)$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле 26:

$$I_{исп} = \frac{I_{pi}}{I_{финр}}, \quad (26)$$

Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле 27:

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{д.п.}}}{I_{\text{исп}}}, \quad (27)$$

В таблице 13 представлена сравнительная эффективность разработки.

Таблица 13 - Сравнительная эффективность

№	Показатели	Данный проект	Исполнитель 1
1	Интегральный финансовый показатель	1	1
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности	4,45	4,25
3	Интегральный показатель эффективности	4,45	4,25
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,05	0,95

Как видно из таблицы 13, разработанная методика более эффективна, чем стандартная.

Традиционная оценка экономической эффективности полученных результатов невозможны, т.к. они носят чисто научный характер.

## Глава 5. Социальная ответственность

### Введение

Для выполнения выпускной квалификационной работы на тему «Послойный анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методами позитронной аннигиляционной спектроскопией и оптически-эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда» проводилась серия экспериментов с применением различных установок, помогающих решить поставленные задачи, следующего типа: контактный профилометр, спектрометр тлеющего разряда GD-Profilер 2 производства Horiba Jobin Yvon и другие. Химический анализ и распределение слоев в наноразмерных металлических слоях Zr/Nb, представленной в выпускной квалифицированной работе, проводилась на спектрометре тлеющего разряда GD-Profilер 2, применяемого в отделении экспериментальной физики инженерной школы ядерных технологий. Путем анализа оптически-эмиссионного спектра распыленных атомов в плазме происходит идентификация химического состава материала. В связи с этим, детальное рассмотрение правил гигиены и безопасности труда при проведении работ на спектрометре GD-Profilер 2, особенно необходимо при осуществлении экспериментальных исследований, входящих в выпускную квалификационную работу.

Данные наноразмерные металлические слои Zr/Nb проявляют эффект самовосстановления при радиационном облучении, следовательно, изучение свойств данных покрытий может решить проблему преждевременного радиационного охрупчивания материалов в агрессивных средах, например, потенциальное использования данного покрытия - защитное покрытие на ТВЭЛы ядерных реакторов.

## 5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

### 5.1.1. Специальные правовые нормы трудового законодательства

К работе с спектрометром тлеющего разряда допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющих медицинских противопоказаний, прошедших вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте [127]. К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний правил электробезопасности, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы с использованием спектрометра тлеющего разряда, ознакомленные с инструкцией по эксплуатации прибора имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами, работающими под давлением.

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, правил безопасной работы с газовыми баллонами проводится с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте - не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

По данной теме рассматриваются специальные законодательные и нормативные документы:

- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;
- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением;

- инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ.

#### 5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

В этом разделе рассмотрены различные аспекты вопросов, тесно связанных с созданием рабочего места в полном соответствии с существующими нормами техники производственной безопасности, нормами санитарии и требованиями по охране окружающей среды [128, 129, 130, 131].

Помещение, в котором располагается спектрометр, имеет линейные размеры 5,8×5,31 м и высоту 3 м и располагается на цокольном этаже. В помещении есть два окна размерами 1,8×1,5 м, которые обеспечивают достаточное проникновение солнечного света, с противоположной стороны окон находится дверной проем.

Определение химического состава наноразмерных металлических слоев Zr/Nb осуществлялось на спектрометре тлеющего разряда GD-Profilер 2 - это инструмент на платформе Windows. Для определения химического состава используется физический процесс возбуждения и релаксации распыленных атомов в плазме тлеющего разряда с испусканием характеристического кванта света исследуемого химического элемента, плазма поддерживается радиочастотным источником от сети переменного тока напряжением 220 В.

#### 5.2. Профессиональная социальная безопасность

Для идентификации потенциальных факторов был использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» [132]. Перечень опасных и вредных факторов, характерных для проектируемой производственной среды представлены в таблице 14.

Таблица 14 - Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разрабо тка	Изготов ление	Эксплуа тация	
1.Отклонение показателей микроклимата	-	-	+	Требования к микроклимату устанавливаются согласно СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [133].
2. Превышение уровня шума		-	+	Требования к уровню шума на рабочих местах и производственной вибрации устанавливаются согласно СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки [134] и СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий [135].
3.Отсутствие или недостаток естественного света	-	-	-	-
4.Недостаточная освещенность рабочей зоны		-	+	Требования к освещению устанавливаются СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*[136].
5.Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	-	-	+	Система стандартов по электромагнитной безопасности складывается из ГОСТ 12.1.006-84 ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Общие требования безопасности. [137] и СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы» [138].

5.2.1. Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований.



Работая на спектрометре GD-Profiler 2 возможно воздействие вредных и опасных факторов, негативно влияющих на здоровье сотрудников. К первой группе факторов можно отнести микроклимат помещения, освещение рабочей зоны, электромагнитное поле и шум. В качестве второй группы факторов необходимо рассмотреть возможность поражения электрическим током, взаимодействие с химическими веществами и работа с баллонами.

#### 5.2.1.1. Анализ вредных факторов

Микроклиматом производственных помещений - называют метеорологические условия внутри помещений. Эти условия определяются действующим на организм человека рядом факторов. В этот ряд входят температура воздуха, влажность, скорость движения воздуха и тепловое излучение. Так же на микроклимат влияет набор физических факторов, оказывающих влияние на состояние человека. Это теплообмен человека с окружающей средой и факторы, определяющие самочувствие. Такие факторы как работоспособность, здоровье и производительность труда.

Перегрев организма наступает при высокой температуре воздуха и высокой относительной влажности, которые сопровождаются низкой подвижностью воздушной массы. Симптомами перегрева являются – учащение пульса, ощущение слабости, сильное потоотделение, увеличение температуры тела, иногда головная боль. Переохлаждение организма возникает при наличии низкой температуры воздуха и высокой влажности в сочетании с высокой подвижностью воздушной массы. При наступлении переохлаждения снижается температура тела, происходит сужение кровеносных сосудов, возникают сбои в работе сердечно-сосудистой системы [139].

Санитарными нормами, установленными для производственных помещений [133] утверждены оптимальные и допустимые интервалы температуры воздуха, относительной влажности и скорости движения

воздушных масс. Нормативы установлены с учетом тяжести выполняемой работы и времени года.

В таблице 15 отражены наиболее оптимальные климатические параметры в производственных помещениях для категории легких работ. К таковым относятся работы, которые выполняются сидя и не требуют высокого физического напряжения.

Таблица 15 - Оптимальные климатические параметры [133]

Период года	Температура, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с, не более
Холодный	22-24	40-60	0,1
Теплый	23-25	40-60	0,1

Шум - колебания, как правило, беспорядочные, разнообразной физической природы. При эксплуатации спектрометра GD-Profiler 2 основными источниками шума являются генератор азота и форвакуумные насосы. Длительное воздействие шумовых колебаний на человека может привести к ослаблению слуха, а в некоторых случаях - к полной его потере. Установлено, что загрязнение шумовыми колебаниями среды, на рабочем месте, негативно влияет на людей. Как следствие, у работающих, понижается внимание, увеличиваются затраты энергии при идентичной физической нагрузке, тормозятся психические реакции и т.п. Как итог - понижается производительность труда, страдает качество выполняемой работы.

Уровни шума на рабочих местах пользователей персональных компьютеров не должны превышать значений, утвержденных [134, 135]. Рабочая зона соотносится с категорией 3 тип «в» комфорт согласно ГОСТ 12.1.012-90 ССБТ [140]. Максимально допустимые уровни звука, уровни звукового давления и эквивалентные уровни звука для такой категории приведены в таблице 16. При значениях выше санитарных норм спектральных показателей вибрационной нагрузки на оператора необходимо предусмотреть средства коллективной (СКЗ) и индивидуальной защиты (СИЗ).

Таблица 16 - Санитарные нормы спектральных показателей вибрационной нагрузки на оператора. Локальная вибрация [140]

Средне-геометрические частоты октавных полос, Гц	Нормативные значения в направлениях			
	виброускорения		виброскорости	
	$m \cdot c^{-2}$	дБ	$m \cdot c^{-1} \cdot 10^{-2}$	дБ
8	1,4	123	2,8	115
16	1,4	123	1,4	109
31,5	2,7	129	1,4	109
63	5,4	135	1,4	109
125	10,7	141	1,4	109
250	21,3	147	1,4	109
500	42,5	153	1,4	109
1000	85,0	159	1,4	109

К СКЗ относятся: устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования; изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения; применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения. В качестве материала можно использовать минеральную вату, гипсокартон, стекловату, базальтовую вату, древесное волокно, вспененный полиэтилен и др. К СИЗ - применение спецодежды, спецобуви и защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны [141].

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости. Световой спектр должен максимально соответствовать дневному освещению, так как оно оптимально соответствует человеческой физиологии. Очень высокий уровень освещенности, так же, как и недостаточный, приводит к быстрому утомлению зрения. Освещение должно быть равномерным на всей площади рабочего места, так как при переносе взгляда с более освещенных на менее освещенные участки рабочего места и наоборот происходит понижение остроты зрения на достаточно долгий промежуток времени. Требования к уровню освещенности в производственных помещениях утверждены сводом правил [136].

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) и комбинированного

(общего и местного) освещения. Выбор между равномерным и локализованным освещением проводится с учётом особенностей производственного процесса и размещения технологического оборудования. Система комбинированного освещения применяется для производственных помещений, в которых выполняются точные зрительные работы. Применение одного местного освещения на рабочих местах не допускается. Учитывая особенности процесса работы на спектрометре GD-Profilер 2 (не требуется освещения для проведения работ высокой точности) возможно применение схемы общего равномерного освещения.

Электромагнитное поле - это силовое поле, образованное вокруг электрического тока, эквивалентное электрическому полю и магнитному полю, расположенным под прямыми углами друг к другу [142].

Источниками электромагнитного излучения являются приборы, работающие от электрического тока. Например, линии электропередач компьютеры, телефоны, и т.д. Помещение, в котором располагается научно-исследовательское оборудование, оснащено персональными компьютерами. Исходя из этого основным источником электромагнитного излучения, в помещении лаборатории, является компьютер. В России система стандартов по электромагнитной безопасности складывается из ГОСТ 12.1.006-84 [137] и СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [138]. Длительное воздействие электромагнитного излучения на организм человека ведёт к нарушениям процессов в центральной нервной системе, сбоям в работе сердечно-сосудистой системы. Возможно появление катаракты хрусталика глаза, ломкости ногтей и выпадения волос. Первыми симптомами воздействия электромагнитных полей являются быстрая утомляемость, слабость, головные боли, понижение частоты пульса и повышение температуры тела.

#### 5.2.1.2. Анализ опасных факторов

Воздействие электрического тока на человека носит разносторонний и своеобразный характер. Прохождение электрического тока через организм может вызвать у человека раздражение кожных покровов и повреждения различных внутренних органов. Пороговое значение неотпускающего электрического тока составляет 10-15 мА. Проходя через живые ткани организма человека, электрический ток производит электролитическое, термическое, механическое, световое, биологическое, световое воздействие на организм. С целью обеспечения максимальной защиты от поражения электрическим током необходимо доскональное соблюдение правил технической эксплуатации электроустановок и проведение мероприятий по защите от электротравм [143].

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока. Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (особо опасные помещения).

Лаборатория относится к помещению без повышенной опасности поражения электрическим током. В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений, расположения токоведущих частей на недоступной высоте. К СКЗ относятся заземление и разделение электрической сети с помощью трансформаторов - в результате изолированные участки сети обладают большим сопротивлением изоляции и малой емкостью проводов относительно земли, за счет чего значительно улучшаются условия безопасности [144, 145].

Основными электрозащитными средствами в электроустановках напряжением до 1000 В являются изолирующие штанги, указатели напряжения, а также изолирующие устройства и приспособления для ремонтных работ. К дополнительным изолирующим электрозащитным средствам относятся диэлектрические перчатки, резиновые коврики и дорожки, изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

При работе на спектрометре в качестве газа-носителя используется особо чистый аргон. Газообразный и жидкий аргон получают из воздуха и остаточных газов аммиачных производств. Газообразный аргон не оказывает опасного воздействия на окружающую среду. Он тяжелее воздуха и может накапливаться в слабо проветриваемых помещениях у пола. При этом снижается содержание кислорода в воздухе, что вызывает кислородную недостаточность и удушье. Однако, ПДК на данный газ не предусмотрен. Аргон по опасности относится к классу 2. Также необходимо проводить проверку баллонов на наличие неисправностей так как при утечке газа из баллона возможно удушье, поэтому необходимо знать и неукоснительно соблюдать правила пользования газовыми приборами. Проверить целостность газового баллона и прочность его крепления, наличие видимых повреждений. Вентиль газового баллона и резьба должны находиться в исправленном состоянии, редуктор должен соответствовать газу в баллоне.

### 5.3. Экологическая безопасность

Охрана окружающей среды - комплексная проблема и наиболее активной формой ее решения является сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства. Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор аргона в

специальные емкости, в настоящее время он выпускается в воздух через специальный фильтр при продувке вакуумной системы.

Также необходимо улучшить систему улавливания/фильтрации масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов, так как масло и масляные пары непосредственно влияют на окружающую среду в целом. В данный момент стоят фильтры, улавливающие масло и масляные пары, но все же, используемые фильтры не улавливают все вредные вещества. Следовательно, данный вопрос также необходим к рассмотрению.

Воздействие масляных продуктов на почву сопровождается:

- отторжением пахотных земель или уменьшением их плодородия;
- чрезмерным насыщением токсичными веществами растений, что неизбежно приводит к загрязнению продуктов питания растительного и животного происхождения;
- загрязнением грунтовых вод, особенно в зоне свалок.

Так же необходимо позаботиться о отдельных контейнерах для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика, резины и т. д. Необходимо заключить договор с компанией, вывозящей мусор, чтобы она обеспечивала доставку разделенных отходов фирмам, занимающимся переработкой отходов.

## 5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях

5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований

При обнаружении неисправностей работы спектрометра GD-Profilер 2 необходимо выполнить следующие действия:

- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;

- отключить спектрометр GD-Profilер 2 от электросети;
- закрыть вентиль подачи аргона;
- известить об этом вышестоящего руководителя.

В случае обнаружения утечки газа из баллона немедленно прекратить подачу газа из баллона и сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю.

При возникновении возгорания необходимо немедленно прекратить работу, закрыть баллон с газом, отключить электрооборудование, позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 112, сообщить о случившемся руководителю подразделения и приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения.

При поражении работника электрическим током необходимо как можно скорее освободить пострадавшего от воздействия электрического тока, проверить состояние пострадавшего и вызвать при необходимости скорую помощь, до приезда скорой помощи оказать пострадавшему необходимую первую помощь или, при необходимости, организовать доставку пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение, о произошедшем несчастном случае поставить в известность руководителя структурного подразделения.

5.4.2. Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС.

Самым распространенным видом ЧС является пожар. Под пожаром понимают неконтролируемое горение, причиняющее материальный ущерб, вред жизни и здоровью людей, интересам общества, государству.

Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, статическое электричество и т. д. Для устранения причин возникновения и локализации пожаров в помещении лаборатории должны проводиться следующие мероприятия:



- 1) использование только исправного оборудования;
- 2) проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности;
- 3) отключение электрооборудования, освещения и электропитания при предполагаемом отсутствии обслуживающего персонала или по окончании работ;
- 4) содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды.

В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.



## Рисунок 35 - План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса № 3, подвал

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рисунок 35), порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к выходу.

### Выводы

В данном разделе были рассмотрены необходимые правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности в которых регламентируются условия труда, необходимые инструкции по работе со специальным оборудованием, а также гигиенические требования к организации работы.

Были проанализированы и выявлены опасные и вредные факторы производственной среды. К вредным факторам можно отнести: воздействие электрического напряжения на организм человека, микроклимат, воздействие шума и высоких электромагнитных полей. К опасным факторам можно отнести: электробезопасность, термическую опасность и пожаровзрывобезопасность.

К факторам рабочего места, влияющим на окружающую среду является газообразные аргон и масляные пары. Для предотвращения негативного влияния эксплуатации установки используются необходимые газовые и масляные фильтры. Установка ежегодно проходит поверку и аттестацию.

Также были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на спектрометре и поведение в них. Приведен план эвакуации при пожаре и других чрезвычайных ситуациях из помещения, в котором проводились работы.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате данного исследования были получены НМС на основе Zr/Nb с различной толщиной индивидуальных слоев,  $100 \pm 10$  и  $25 \pm 2$  нм, соответственно. Полученные НМС облучались протонами с энергией 900 кэВ в течении разного количества времени от 30 до 120 минут. Анализ полученных НМС Zr/Nb проводились с помощью двух индивидуальных методов: распределение слоев и химических элементов до и после облучения анализировалось с помощью ОЭС-ТР, контроль дефектной структуры до и после облучения проводился с помощью пучковой позитронной аннигиляционной спектроскопии с переменной энергией. В результате проделанной работы можно сделать следующие выводы:

- проведена оптимизация параметров радиочастотного источника ОЭС-ТР для анализа распределения слоев и химических элементов в НМС Zr/Nb;
- исследование распределение слоев и химических элементов НМС Zr/Nb с помощью ОЭС-ТР до и после облучения протонами с энергией 900 кэВ с различной продолжительностью облучения от 30 до 120 минут показало, что в результате облучения структура НМС не изменилась, слои не перемешиваются;
- исследование распределение дефектов в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами с помощью пучков позитронов с регулируемой энергией методом ПАС показало, что дефектная структура образцов до и после облучения находится примерно на одинаковом уровне, в некоторых случаях наблюдается незначительное снижение дефектности в облученных образцах;
- результаты анализа послойной структуры образцов с помощью ОЭС-ТР показывает, что в основном увеличение избыточного свободного объема происходит на границе раздела слоев Zr и Nb, что связано с различной кристаллической структурой данных металлов, ГПУ и ОЦК, соответственно.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Callisti M., Lozano-Perez S., Polcar T. Structural and mechanical properties of  $\gamma$ -irradiated Zr/Nb multilayer nanocomposites //Materials Letters. – 2016. – Т. 163. – С. 138-141.
2. Callisti M., Karlik M., Polcar T. Competing mechanisms on the strength of ion-irradiated Zr/Nb nanoscale multilayers: Interface strength versus radiation hardening //Scripta Materialia. – 2018. – Т. 152. – С. 31-35.
3. Callisti M., Polcar T. Combined size and texture-dependent deformation and strengthening mechanisms in Zr/Nb nano-multilayers //Acta Materialia. – 2017. – Т. 124. – С. 247-260.
4. Ham B., Zhang X. High strength Mg/Nb nanolayer composites //Materials Science and Engineering: A. – 2011. – Т. 528. – №. 4-5. – С. 2028-2033.G.
5. Yang G. H. et al. Investigation of nanoindentation on Co/Mo multilayers by the continuous stiffness measurement technique //Surface and Coatings Technology. – 2005. – Т. 191. – №. 1. – С. 127-133.
6. Lu Y. Y. et al. The microstructure and mechanical behavior of Mg/Ti multilayers as a function of individual layer thickness //Acta Materialia. – 2014. – Т. 63. – С. 216-231.
7. Zhang J. Y. et al. Length scale-dependent deformation behavior of nanolayered Cu/Zr micropillars //Acta Materialia. – 2012. – Т. 60. – №. 4. – С. 1610-1622.
8. Le Claire A. D. Diffusion in metals //Progress in Metal Physics. – 1953. – Т. 4. – С. 265-332.
9. Kocks U. F., Mecking H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case //Progress in materials science. – 2003. – Т. 48. – №. 3. – С. 171-273.
10. Petch N. J. The ductile-brittle transition in the fracture of  $\alpha$ -iron: I //Philosophical Magazine. – 1958. – Т. 3. – №. 34. – С. 1089-1097.

11. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation //Progress in materials science. – 2000. – T. 45. – №. 2. – С. 103-189.
12. Zhilyaev A. P., Langdon T. G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications //Progress in Materials science. – 2008. – T. 53. – №. 6. – С. 893-979.
13. Valiev R. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties //Nature materials. – 2004. – T. 3. – №. 8. – С. 511.
14. Fukai Y., Ōkuma N. Formation of superabundant vacancies in Pd hydride under high hydrogen pressures //Physical review letters. – 1994. – T. 73. – №. 12. – С. 1640.
15. Sakaki K. et al. Hydrogen-induced vacancy generation phenomenon in pure Pd //Materials transactions. – 2002. – T. 43. – №. 11. – С. 2652-2655.
16. Shirai Y. et al. Positron annihilation study of lattice defects induced by hydrogen absorption in some hydrogen storage materials //Journal of alloys and compounds. – 2002. – T. 330. – С. 125-131.
17. Čížek J., Melikhova O., Procházka I. Hydrogen-induced defects and multiplication of dislocations in Palladium //Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – T. 645. – С. S312-S315.
18. P Hautojärvi P., Vehanen A. Introduction to positron annihilation //Positrons in solids. – Springer, Berlin, Heidelberg, 1979. – С. 1-23.
19. Krause-Rehberg R., Leipner H. S. Positron annihilation in semiconductors: defect studies. – Springer Science & Business Media, 1999. – Т. 127.
20. Puska M. J., Nieminen R. M. Theory of positrons in solids and on solid surfaces //Reviews of modern Physics. – 1994. – Т. 66. – №. 3. – С. 841.
21. Нехин М., Кузнецов А., Шапон П. Спектрометр тлеющего разряда PROFILER-2-мощный аналитический инструмент послойного анализа материалов //Аналитика. – 2012. – Т. 5. – №. 4. – С. 34-43.

22. Pisonero J. et al. Glow-discharge spectrometry for direct analysis of thin and ultra-thin solid films //TrAC Trends in Analytical Chemistry. – 2006. – T. 25. – №. 1. – C. 11-18.
23. Ber B. et al. Sputter depth profiling of Mo/B<sub>4</sub>C/Si and Mo/Si multilayer nanostructures: A round-robin characterization by different techniques //Thin Solid Films. – 2013. – T. 540. – C. 96-105.
24. Heikkilä I. et al. First experiences on characterization of surface oxide films in powder particles by Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GD-OES) //Metal Powder Report. – 2016. – T. 71. – №. 4. – C. 261-264.
25. Alberts D. et al. Depth profile characterization of Zn–TiO<sub>2</sub> nanocomposite films by pulsed radiofrequency glow discharge-optical emission spectrometry //Talanta. – 2011. – T. 84. – №. 2. – C. 572-578.
26. Wilke M. et al. Glow discharge optical emission spectroscopy for accurate and well resolved analysis of coatings and thin films //Thin Solid Films. – 2011. – T. 520. – №. 5. – C. 1660-1667.
27. Galindo R. E. et al. Comparative depth-profiling analysis of nanometer-metal multilayers by ion-probing techniques //TrAC Trends in Analytical Chemistry. – 2009. – T. 28. – №. 4. – C. 494-505.
28. Mercier D. et al. GD-OES and XPS coupling: A new way for the chemical profiling of photovoltaic absorbers //Applied Surface Science. – 2015. – T. 347. – C. 799-807.
29. Malherbe J. et al. The effect of glow discharge sputtering on the analysis of metal oxide films //Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2009. – T. 64. – №. 2. – C. 155-166.
30. Angeli J. et al. Glow discharge optical emission spectrometry: moving towards reliable thin film analysis—a short review //Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2003. – T. 18. – №. 6. – C. 670-679.
31. Zinkle S. J., Busby J. T. Structural materials for fission & fusion energy //Materials today. – 2009. – T. 12. – №. 11. – C. 12-19.

32. Odette G. R., Hoelzer D. T. Irradiation-tolerant nanostructured ferritic alloys: Transforming helium from a liability to an asset //Jom. – 2010. – T. 62. – №. 9. – C. 84-92.
33. Stubbins J. F. Void swelling and radiation-induced phase transformation in high purity Fe-Ni-Cr alloys //Journal of Nuclear Materials. – 1986. – T. 141. – C. 748-753.],
34. Zinkle S. J., Ghoniem N. M. Operating temperature windows for fusion reactor structural materials //Fusion Engineering and design. – 2000. – T. 51. – C. 55-71.
35. Victoria M. et al. The microstructure and associated tensile properties of irradiated fcc and bcc metals //Journal of nuclear materials. – 2000. – T. 276. – №. 1-3. – C. 114-122.
36. Bai X. M. et al. Efficient annealing of radiation damage near grain boundaries via interstitial emission //Science. – 2010. – T. 327. – №. 5973. – C. 1631-1634.
37. Li N. et al. He ion irradiation damage in Fe/W nanolayer films //Journal of Nuclear Materials. – 2009. – T. 389. – №. 2. – C. 233-238.
38. Wei Q. M. et al. Suppression of irradiation hardening in nanoscale V/Ag multilayers //Acta Materialia. – 2011. – T. 59. – №. 16. – C. 6331-6340.
39. Chimi Y. et al. Accumulation and recovery of defects in ion-irradiated nanocrystalline gold //Journal of Nuclear Materials. – 2001. – T. 297. – №. 3. – C. 355-357.
40. Zhuo M. J. et al. Interface-enhanced defect absorption between epitaxial anatase TiO<sub>2</sub> film and single crystal SrTiO<sub>3</sub> //Scripta Materialia. – 2011. – T. 65. – №. 9. – C. 807-810.
41. Singh B. N. Effect of grain size on void formation during high-energy electron irradiation of austenitic stainless steel //The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics. – 1974. – T. 29. – №. 1. – C. 25-42.

42. Rose M., Balogh A. G., Hahn H. Instability of irradiation induced defects in nanostructured materials //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1997. – T. 127. – C. 119-122.
43. Nita\* N. et al. Effects of irradiation on the microstructure and mechanical properties of nanostructured materials //Philosophical Magazine. – 2005. – T. 85. – №. 4-7. – C. 723-735.
44. Shen T. D. et al. Enhanced radiation tolerance in nanocrystalline MgGa<sub>2</sub>O<sub>4</sub> //Applied physics letters. – 2007. – T. 90. – №. 26. – C. 263115.
45. Samaras M. et al. Computer simulation of displacement cascades in nanocrystalline Ni //Physical review letters. – 2002. – T. 88. – №. 12. – C. 125505.]
46. Misra A. et al. The radiation damage tolerance of ultra-high strength nanolayered composites //Jom. – 2007. – T. 59. – №. 9. – C. 62-65.
47. Demkowicz M. J., Hoagland R. G., Hirth J. P. Interface structure and radiation damage resistance in Cu-Nb multilayer nanocomposites //Physical review letters. – 2008. – T. 100. – №. 13. – C. 136102.
48. Fu E. G. et al. Size dependent enhancement of helium ion irradiation tolerance in sputtered Cu/V nanolaminates //Journal of Nuclear Materials. – 2009. – T. 385. – №. 3. – C. 629-632.
49. Chen F. et al. Surface damage and mechanical properties degradation of Cr/W multilayer films irradiated by Xe<sup>20+</sup> //Applied Surface Science. – 2015. – T. 357. – C. 1225-1230.
50. Yu K. Y. et al. Comparisons of radiation damage in He ion and proton irradiated immiscible Ag/Ni nanolayers //Journal of Nuclear Materials. – 2013. – T. 440. – №. 1-3. – C. 310-318.
51. Zhang X. et al. Nanostructured Cu/Nb multilayers subjected to helium ion-irradiation //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2007. – T. 261. – №. 1-2. – C. 1129-1132.



52. Han W. Z. et al. He implantation of bulk Cu–Nb nanocomposites fabricated by accumulated roll bonding //Journal of nuclear materials. – 2014. – T. 452. – №. 1-3. – C. 57-60.
53. Li N., Nastasi M., Misra A. Defect structures and hardening mechanisms in high dose helium ion implanted Cu and Cu/Nb multilayer thin films //International Journal of Plasticity. – 2012. – T. 32. – C. 1-16.
54. Li N. et al. Compressive flow behavior of Cu thin films and Cu/Nb multilayers containing nanometer-scale helium bubbles //Scripta Materialia. – 2011. – T. 64. – №. 10. – C. 974-977.
55. Mao S. et al. Quantitative comparison of sink efficiency of Cu–Nb, Cu–V and Cu–Ni interfaces for point defects //Acta Materialia. – 2015. – T. 82. – C. 328-335.
56. Demkowicz M. J. et al. Mechanisms of He escape during implantation in CuNb multilayer composites //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2007. – T. 261. – №. 1-2. – C. 524-528.
57. Misra A., Hirth J. P., Hoagland R. G. Length-scale-dependent deformation mechanisms in incoherent metallic multilayered composites //Acta materialia. – 2005. – T. 53. – №. 18. – C. 4817-4824.
58. Wei Q., Misra A. Transmission electron microscopy study of the microstructure and crystallographic orientation relationships in V/Ag multilayers //Acta Materialia. – 2010. – T. 58. – №. 14. – C. 4871-4882.
59. Gao Y. et al. Radiation tolerance of Cu/W multilayered nanocomposites //Journal of Nuclear Materials. – 2011. – T. 413. – №. 1. – C. 11-15.
60. Kong-Fang W. et al. Modification of Fe/Cu multilayers under 400 keV Xe<sup>20+</sup> irradiation //Chinese Physics C (HEP & NP). – 2008. – T. 32.
61. Chen Y. et al. Microstructure and strengthening mechanisms in Cu/Fe multilayers //Acta Materialia. – 2012. – T. 60. – №. 18. – C. 6312-6321.

62. Chen F. et al. Investigation of structural stability and magnetic properties of Fe/Ni multilayers irradiated by 300 keV Fe<sup>10+</sup> //Journal of nuclear materials. – 2014. – T. 452. – №. 1-3. – C. 31-36.
63. Fu E. G. et al. Mechanical properties of sputtered Cu/V and Al/Nb multilayer films //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – T. 493. – №. 1-2. – C. 283-287.
64. Demkowicz M. J. et al. The effect of excess atomic volume on He bubble formation at fcc–bcc interfaces //Applied Physics Letters. – 2010. – T. 97. – №. 16. – C. 161903.
65. Fu E. G. et al. Interface enabled defects reduction in helium ion irradiated Cu/V nanolayers //Journal of Nuclear Materials. – 2010. – T. 407. – №. 3. – C. 178-188.
66. Bennett R. A. et al. Chromium nanostructures formed by dewetting of heteroepitaxial films on W (100) //Physical Review B. – 2012. – T. 86. – №. 4. – C. 045454.
67. Wang M. et al. Defect-interface interactions in irradiated Cu/Ag nanocomposites //Acta Materialia. – 2018. – T. 160. – C. 211-223.
68. Lu Y. Y. et al. The microstructure and mechanical behavior of Mg/Ti multilayers as a function of individual layer thickness //Acta Materialia. – 2014. – T. 63. – C. 216-231.
69. Ham B., Zhang X. High strength Mg/Nb nanolayer composites //Materials Science and Engineering: A. – 2011. – T. 528. – №. 4-5. – C. 2028-2033.
70. Zhang J. Y. et al. Length scale-dependent deformation behavior of nanolayered Cu/Zr micropillars //Acta Materialia. – 2012. – T. 60. – №. 4. – C. 1610-1622.
71. Milosavljević M. et al. Stability of nano-scaled Ta/Ti multilayers upon argon ion irradiation //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2011. – T. 269. – №. 19. – C. 2090-2097.

72. Bagchi S., Anwar S., Lalla N. P. Effect of swift heavy ion irradiation in W/Co multilayer structures //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2010. – Т. 268. – №. 10. – С. 1601-1606.
73. Frutos E. et al. Length-scale-dependent mechanical behaviour of Zr/Nb multilayers as a function of individual layer thickness //Materials Science and Engineering: A. – 2015. – Т. 632. – С. 137-146.
74. Callisti M., Polcar T. Combined size and texture-dependent deformation and strengthening mechanisms in Zr/Nb nano-multilayers //Acta Materialia. – 2017. – Т. 124. – С. 247-260.
75. Monclús M. A. et al. Selective oxidation-induced strengthening of Zr/Nb nanoscale multilayers //Acta Materialia. – 2017. – Т. 122. – С. 1-10.
76. Callisti M., Karlik M., Polcar T. Competing mechanisms on the strength of ion-irradiated Zr/Nb nanoscale multilayers: Interface strength versus radiation hardening //Scripta Materialia. – 2018. – Т. 152. – С. 31-35.
77. Callisti M., Lozano-Perez S., Polcar T. Structural and mechanical properties of  $\gamma$ -irradiated Zr/Nb multilayer nanocomposites //Materials Letters. – 2016. – Т. 163. – С. 138-141.
78. Sen H. S., Polcar T. Vacancy-interface-helium interaction in Zr-Nb multi-layer system: A first-principles study //Journal of Nuclear Materials. – 2019. – Т. 518. – С. 11-20.
79. Кузьмичёв А. И. Магнетронные распылительные системы. Книга 1: Введение в физику и технику магнетронного распыления. – 2008.
80. Horodek P. et al. Positron annihilation and complementary studies of copper sandblasted with alumina particles at different pressures //Materials. – 2017. – Т. 10. – №. 12. – С. 1343.
81. Bečvář F. et al. A high-resolution BaF<sub>2</sub> positron-lifetime spectrometer and experience with its long-term exploitation //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2000. – Т. 443. – №. 2-3. – С. 557-577.

82. Staab T. E. M., Somieski B., Krause-Rehberg R. The data treatment influence on the spectra decomposition in positron lifetime spectroscopy Part 2: The effect of source corrections //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 1996. – T. 381. – №. 1. – C. 141-151.
83. Djourelou N., Misheva M. Source correction in positron annihilation lifetime spectroscopy //Journal of Physics: Condensed Matter. – 1996. – T. 8. – №. 12. – C. 2081.
84. McGuire S., Keeble D. J. Positron lifetime and implantation in Kapton //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2006. – T. 39. – №. 15. – C. 3388.
85. McGuire S., Keeble D. J. Positron lifetimes of polycrystalline metals: A positron source correction study //Journal of applied physics. – 2006. – T. 100. – №. 10. – C. 103504.
86. Dryzek J., Kozłowska A. Recrystallization in subsurface zone seen by positron annihilation //Tribology International. – 2010. – T. 43. – №. 1-2. – C. 447-454.
87. Saito H., Hyodo T. Direct Measurement of the Parapositronium Lifetime in  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> //Physical review letters. – 2003. – T. 90. – №. 19. – C. 193401.
88. Saito H. et al. A new positron lifetime spectrometer using a fast digital oscilloscope and BaF<sub>2</sub> scintillators //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2002. – T. 487. – №. 3. – C. 612-617.
89. Rytsölä K. et al. Digital measurement of positron lifetime //Applied Surface Science. – 2002. – T. 194. – №. 1-4. – C. 260-263.
90. Nissilä J. et al. Performance analysis of a digital positron lifetime spectrometer //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2005. – T. 538. – №. 1-3. – C. 778-789.
91. Jardin M. et al. Digital positron lifetime spectrometer for measurements of radioactive materials //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research

Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2006. – T. 568. – №. 2. – C. 716-722.

92. Bosnar D. et al. Digitized positron lifetime spectrometer for the simultaneous recording of time and energy information //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2007. – T. 581. – №. 1-2. – C. 91-93.

93. Djourelou N. et al. Symmetric analog positron lifetime spectrometer utilizing charge-to-digital converters //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2007. – T. 264. – №. 1. – C. 165-170.

94. Čížek J. Characterization of lattice defects in metallic materials by positron annihilation spectroscopy: A review //Journal of Materials Science & Technology. – 2018. – T. 34. – №. 4. – C. 577-598.

95. Lynn K. G. et al. Positron-annihilation momentum profiles in aluminum: core contribution and the independent-particle model //Physical Review Letters. – 1977. – T. 38. – №. 5. – C. 241.

96. Asoka-Kumar P. et al. Increased elemental specificity of positron annihilation spectra //Physical Review Letters. – 1996. – T. 77. – №. 10. – C. 2097.

97. Eberth J., Simpson J. From Ge (Li) detectors to gamma-ray tracking arrays—50 years of gamma spectroscopy with germanium detectors //Progress in Particle and Nuclear Physics. – 2008. – T. 60. – №. 2. – C. 283-337.

98. Brusa R. S. et al. Doppler-broadening measurements of positron annihilation with high-momentum electrons in pure elements //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2002. – T. 194. – №. 4. – C. 519-531.

99. Kinomura A. et al. Development of a Slow Positron Beam System for in-situ Lifetime Measurements during Ion Beam Irradiation //Physics Procedia. – 2012. – T. 35. – C. 111-116.

100. Liu X. et al. Slow positron beam and nanoindentation study of irradiation-related defects in reactor vessel steels //Journal of Nuclear Materials. – 2014. – T. 451. – №. 1-3. – C. 249-254.
101. Parente P. et al. Characterization of ion-irradiated ODS Fe–Cr alloys by doppler broadening spectroscopy using a positron beam //Journal of Nuclear Materials. – 2015. – T. 464. – C. 140-146.
102. Tanigawa S. et al. A study of agglomeration and release processes of helium implanted in nickel by a variable energy positron beam //Journal of nuclear materials. – 1985. – T. 133. – C. 463-467.
103. Mostafa K. M. et al. Study of the effect of annealing on defects in Fe-Mn-Si-Cr-Ni-C alloy by slow positron beam //Applied Surface Science. – 2008. – T. 255. – №. 1. – C. 145-148.
104. Zhang L. et al. Investigations on variation of defects in fused silica with different annealing atmospheres using positron annihilation spectroscopy //Optical Materials. – 2017. – T. 72. – C. 540-544.
105. Krsjak V. et al. Effects of displacement damage and helium production rates on the nucleation and growth of helium bubbles–Positron annihilation spectroscopy aspects //Journal of Nuclear Materials. – 2018. – T. 499. – C. 38-46.
106. Amarendra G. et al. Positron beam studies of void swelling in ion irradiated Ti-modified stainless steel //Applied Surface Science. – 2008. – T. 255. – №. 1. – C. 139-141.
107. Yang J. et al. Depth-dependent positron annihilation in different polymers //Applied Surface Science. – 2013. – T. 280. – C. 109-112.
108. Wu Y. C. et al. Slow positron beam study of corrosion-related defects in pure iron //Applied surface science. – 2006. – T. 252. – №. 9. – C. 3274-3277.
109. Djourelou N. et al. Variable-energy positron annihilation lifetime and Doppler broadening of the annihilation line study of carbon-implanted polyethylene //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2004. – T. 225. – №. 3. – C. 357-363.

110. Ata S. et al. Free volume behavior in spincoated thin film of polystyrene by energy variable positron annihilation lifetime spectroscopy //Polymer. – 2009. – T. 50. – №. 14. – C. 3343-3346.

111. Qiu J. et al. Investigation by slow positron beam of defects in CLAM steel induced by helium and hydrogen implantation //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2009. – T. 267. – №. 18. – C. 3162-3165.

112. Plokker M. P. et al. Electronic structure and vacancy formation in photochromic yttrium oxy-hydride thin films studied by positron annihilation //Solar Energy Materials and Solar Cells. – 2018. – T. 177. – C. 97-105.

113. Lu E. et al. Investigation of vacancy-type defects in helium irradiated FeCrNi alloy by slow positron beam //Journal of Nuclear Materials. – 2015. – T. 458. – C. 240-244.

114. Kinomura A. et al. Depth profiling of defects in ion-implanted Ni and Fe by positron annihilation measurements //Surface and Coatings Technology. – 2011. – T. 206. – №. 5. – C. 834-836.

115. Sullivan J. P. et al. Low energy positron scattering and annihilation studies using a high resolution trap-based beam //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2002. – T. 192. – №. 1-2. – C. 3-16.

116. Rowe B. W. et al. A variable energy positron annihilation lifetime spectroscopy study of physical aging in thin glassy polymer films //Polymer. – 2009. – T. 50. – №. 25. – C. 6149-6156.

117. Cui M. et al. Slow positron annihilation studies on helium irradiated tungsten //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2017. – T. 406. – C. 578-584.

118. Zou X. et al. Depth profiling of vacancy-type defects in homogenous and multilayered a-Si films by positron beam Doppler broadening //Journal of non-crystalline solids. – 1998. – T. 227. – C. 105-110.

119. Zhu Z. et al. Study of corrosion-related defects of zirconium alloys with slow positron beam //Journal of Nuclear Materials. – 2018. – Т. 508. – С. 12-19.
120. Xiong B. et al. Mesoporous titania films investigated by positron annihilation based on a slow positron beam //Chinese Journal of Physics. – 2018. – Т. 56. – №. 1. – С. 355-361.
121. Horodek P., Dryzek J., Skuratov V. A. Positron annihilation study of defects in copper irradiated with swift Xe<sup>26+</sup> ions //Vacuum. – 2017. – Т. 138. – С. 15-21.
122. Horodek P., Skuratov V. A. Variable energy positron beam studies of defects in heavy ion implanted palladium //Surface and Coatings Technology. – 2016. – Т. 296. – С. 65-68.
123. Horodek P. et al. Positron beam and RBS studies of thermally grown oxide films on stainless steel grade 304 //Applied Surface Science. – 2015. – Т. 333. – С. 96-103.
124. Dryzek J., Horodek P. Positron implantation profiles in layered samples //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2009. – Т. 267. – №. 21-22. – С. 3580-3589.
125. Шульмин В. А. Экономическое обоснование в дипломных проектах: учебное пособие для вузов / В. А. Шульмин, Т. С. Усынина. – Старый Оскол: ТНТ, 2012. – 192 с.
126. Кнышова Е. Н. Экономика организации: учебник / Е. Н. Кнышова, Е. Е. Панфилова. – Москва: Форум Инфра-М, 2012. – 334 с.: ил. – Профессиональное образование.
127. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 01.04.2019)
128. ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.



129. ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения.

130. ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).

131. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.

132. ГОСТ 12.0.003-2015 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.

133. СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

134. СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки.

135. СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий.

136. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95\*

137. ГОСТ 12.1.006-84 ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Общие требования безопасности.

138. СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы».

139. Беляков Г. И. Охрана труда и техника безопасности [Электронный ресурс]: учебник для прикладного бакалавриата/ГИ Беляков.—3-е изд., перераб. и доп.—Мультимедиа ресурсы (10 директорий; 100 файлов; 740МВ).—Москва: Юрайт, 2016.—1 Мультимедиа CD-ROM.—Бакалавр. Прикладной курс.—Электронные учебники издательства» Юрайт».—Электронная копия печатного издания.—Системные требования: Pentium 100 MHz, 16 Mb RAM //М.: Юрайт. – 2017. – Т. 404.

140. ГОСТ 12.1.012-90 ССБТ. Вибрационная болезнь. Общие требования.

141. СП 51.13330.2011. Защита от шума. Актуализированная редакция СНиП 23-03-2003

142. Белов С. В. Безопасность жизнедеятельности и защита окружающей среды (техносферная безопасность) //М.: Юрайт. – 2011. – С. 680.

143. Безопасность жизнедеятельности. Безопасность технологических процессов и производств. Охрана труда: учебное пособие для вузов / П.П. Кукин и др. - 5-е изд., стер. - М.: Высшая школа, 2009. - 335 с.

144. ГОСТ 12.1.030-81 ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление.

145. ГОСТ 12.1.019-2017 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

**Приложение А**  
**(обязательное)**

Таблица А.1 - Календарный план-график проведения ВКР по теме «Послойный анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методами позитронной аннигиляционной спектроскопии и оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда»

№ работ	Вид работ	НР Ткд, кал. дн.	СИ Ткд, кал. дн.	Продолжительность выполнения работ														
				январь			февраль			март			апрель			май		
				10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
1	Разработка технического задания	3,9																
2	Выбор направлений исследований	3,4	6,8															
3	Теоретические и экспериментальные исследования	8,4	38,6															
4	Обобщение и оценка результатов	1,7	8,4															

№ работ	Вид работ	НР Т <sub>кд</sub> , кал. дн.	СИ Т <sub>кд</sub> , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ														
				январь			февраль			март			апрель			май		
				10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
5	Разработка технической документации	10,1	26,5							■			■	■	■			
6	Изготовление опытного образца	6,8	14,5										■	■	■			
7	Оформление отчета по НИР		32,5													■	■	■