

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 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) Экспериментальной физики

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb

УДК 539.211-022.532:539.125.4.18

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	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	Киселева Елена Станиславовна	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Антоневич Ольга Алексеевна	к.б.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

Запланированные результаты освоения ООП

Код	Результат освоения ООП
Общекультурные компетенции	
ОК-1	Способность к абстрактному мышлению, анализу, синтезу
ОК-2	Готовность действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения
ОК-2	Готовность действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения
ОК-3	Готовность к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК-1	Готовность к коммуникации в устной и письменной формах, на русском и иностранном языках для решения задач профессиональной деятельности
ОПК-2	Готовность руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК-3	Способность к активной социальной мобильности, организации научно-исследовательских и инновационных работ
ОПК-4	Способность адаптироваться к изменению научного профиля своей профессиональной деятельности, социокультурных и социальных условий деятельности
ОПК-5	Способность использовать свободное владение профессионально-профилированными знаниями в области компьютерных технологий для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами направленности (профиля) подготовки
ОПК-6	Способность использовать знания современных проблем и новейших достижений физики в научно-исследовательской работе
ОПК-7	Способность демонстрировать знания в области философских вопросов естествознания, истории и методологии физики
Профессиональные компетенции	
ПК-1	Способность самостоятельно ставить конкретные задачи научных исследований в области физики и решать их с помощью современной аппаратуры и информационных технологий с использованием новейшего отечественного и зарубежного опыта

Код	Результат освоения ООП
ПК-2	Способность свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения научно-инновационных задач, и применять результаты научных исследований в инновационной деятельности
ПК-3	Способность принимать участие в разработке новых методов и методических подходов в научно-инновационных исследованиях и инженерно-технологической деятельности
ПК-6	Способность методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы учебных дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики
ПК-7	Способность руководить научно-исследовательской деятельностью в области физики обучающихся по программам бакалавриата
Профессиональные компетенции университета	
ДПК(У)-1	Способность планировать и проводить фундаментальные исследования в проектах в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, а также модернизация современных и создание методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел
ДПК(У)-2	Способность обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности

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) – 03.04.02 Физика
 Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП

 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ91	Ломыгину Антону

Тема работы:

Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb

Утверждена приказом директора (дата, номер)

Приказ № 27-32/с от 27.01.2021

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(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.).

Наноразмерные металлические слои Zr/Nb нанесённые методом магнетронного распыления на кремниевую подложку, протонное облучение на ускорителе ЭСГ 2,5 с энергией 1750 кэВ, пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия, спектрометр тлеющего разряда GD-Profiler 2 фирмы HoribaJobinYvon, просвечивающая электронная микроскопия.

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><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, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> – Обзор литературных источников; – Подготовка наноразмерных металлических слоев Zr/Nb, монослойных Zr, Nb; – Облучение протонами полученных покрытий на ускорителе; – Разработка методики анализа распределения слоев НМС Zr/Nb на оптическом эмиссионном спектрометре тлеющего разряда; – Анализ микроструктуры НМС Zr/Nb до и после облучения – Анализ наноразмерных металлических слоев после облучения методом пучковой позитронной аннигиляционной спектроскопии; – Анализ распределения слоев Zr/Nb после облучения протонами; – Химический анализ после облучения наноразмерных металлических слоев Zr/Nb; – Исследование корреляционной зависимости между распределением слоев и S параметра; – Анализ полученных результатов; – Социальная ответственность; – Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение; – Заключение.
<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i></p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Антоневич Ольга Алексеевна, доцент ООД ШБИП</p>
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>Киселева Елена Станиславовна, доцент ОСГН ШБИП</p>
<p>Иностранный язык</p>	<p>Зяблова Наталия Николаевна, доцент ОИЯ ШБИП</p>
<p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p>	
<p>ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ</p>	

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

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
0БМ91	Ломыгин Антон		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСООБЪЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа ОБМ91	ФИО Ломыгину Антону
------------------------	-------------------------------

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	ОЭФ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Транспортно-заготовительные расходы - 15%, амортизационные расходы - 10%, накладные расходы - 80%, районный коэффициент - 30%.
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды (30,2%).
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	1. Потенциальные потребители результатов исследования; 2. Анализ конкурентных технических решений; 3. SWOT – анализ; 4. Оценка готовности проекта к коммерциализации.
2. Разработка устава научно-технического проекта	1. Цели и результат проекта. 2. Организационная структура проекта. 3. Ограничения и допущения проекта.
3. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	Формирование плана и графика разработки: - определение трудоемкости работ; - определение структуры работ; - разработка графика Гантта. Формирование бюджета затрат на научное исследование: - материальные затраты; - основная заработная плата; - дополнительная заработная плата; - отчисления на социальные нужды; - накладные расходы; - амортизационные отчисления.
4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	1. Определение интегрального показателя ресурсоэффективности разработки; 2. Определение интегрального показателя эффективности; 3. Определение сравнительной эффективности проекта.
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):	
1. «Оценка конкурентоспособности технических решений» 2. Матрица SWOT 3. Диаграмма Гантта 4. Оценка готовности проекта к коммерциализации 5. График проведения и бюджет НИ 6. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Киселева Елена Станиславовна	К.Э.Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	Ломыгин Антон		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ91	Ломыгину Антону

Школа	ИЯТШ	Отделение (НОЦ)	ОЭФ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика

Тема ВКР:

Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb	
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>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> – 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; – ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования; – ГОСТ 22269-76. Система «Человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования. – ГОСТ Р 50923-96. Дисплей. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения. – ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).

<p>2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>Вредные факторы: – повышенный уровень шума; – повышенный уровень вибраций; – недостаточная освещенность рабочей зоны; – пониженная или повышенная температура воздуха рабочей зоны; – статические физические нагрузки. Опасные факторы: – повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека; – повышенный уровень статического электричества; – повышенная напряженность электрического поля.</p>
<p>3. Экологическая безопасность:</p>	<p>Атмосфера: выброс в атмосферу химических веществ, выброс в атмосферу рабочего газа. Литосфера: выброс паров масла с фильтра пластинчато-роторного насоса.</p>
<p>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</p>	<p>Возможные ЧС: утечка газа из баллона, возникновение возгорания; поражение оператора установки электрическим током. Наиболее типичная ЧС: возникновение возгорания.</p>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
--	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Антоневич Ольга Алексеевна	к.б.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	Ломыгин Антон		

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) – 03.04.02 Физика
 Уровень образования – Магистратура
 Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики
 Период выполнения _____ (осенний / весенний семестр 20__ /20__ учебного года)

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

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

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
01.02.2021	Аналитический обзор литературы	15
20.02.2021	Разработка новой методики анализа наноразмерных металлических слоев Zr/Nb на спектрометре GD-Profilier 2	12
10.03.2021	Исследование распределения слоев и химический анализ наноразмерных металлических слоев Zr/Nb до и после облучения	12
30.03.2021	Исследование микроструктуры наноразмерных металлических слоев Zr/Nb после облучения	12
10.04.2021	Исследование дефектной структуры наноразмерных металлических слоев Zr/Nb методом позитронной аннигиляционной спектроскопии	12
30.04.2021	Анализ полученных результатов	12
25.05.2021	Социальная ответственность	10
25.05.2021	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	10
31.05.2021	Заключение	5

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

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

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

РЕФЕРАТ

Магистерская диссертационная работа 181 с., 40 рисунков, 20 таблиц, 267 источников, 2 приложения.

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

Объектом исследования являются наноразмерные металлические слои (НМС) Zr/Nb с различной толщиной индивидуальных слоев 100 ± 10 нм, 50 ± 5 нм, 25 ± 2 нм, 10 ± 1 , а также монослойные покрытия $1 \pm 0,1$ мкм –Zr; $1 \pm 0,1$ мкм –Nb, соответственно. Покрытия наносились на кремниевую подложку методом магнетронного распыления.

Целью работы является исследование влияния облучения протонами на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb.

В процессе исследования проводилось протонное облучение полученных НМС Zr/Nb, монослойных Zr, Nb с энергией 1750 кэВ. Разрабатывалась новая методика анализа НМС Zr/Nb на спектрометре тлеющего разряда GD–Profiler 2. Проводился анализ распределения слоев в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами, анализ микроструктуры НМС Zr/Nb до и после облучения, также анализировалась дефектная структура НМС Zr/Nb, монослойных 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 исследования опубликованы в журналах первого квартиля Q1 (MDPI «Metals») и представлены на 5 международных конференциях.

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.....	17
Глава 1. Радиационно-стойкие системы	21
1.1 Кубические наноразмерные мультислойные системы.....	21
1.2 Гексагональные наноразмерные мультислойные системы	33
1.3 Гексагонально-кубические наноразмерные мультислойные системы.....	34
1.4 Керамические наноразмерные мультислойные системы.....	49
Глава 2. Материалы и методы.....	54
2.1 Подготовка образцов.....	54
2.2 Принцип обнаружения дефектов позитронами	55
2.3 Доплеровское уширение аннигиляционной линии позитронов.....	56
2.4 Пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия с переменной энергией.....	57
2.5 Оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда	66
Глава 3. Результаты и обсуждения	69
3.1 Методика послойного химического анализа НМС Zr/Nb методами высокочастотной оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда	69
3.2 Распределение элементов НМС Zr/Nb после протонного облучения	77
3.3 Анализ микроструктуры НМС Zr/Nb после облучения протонами	79
3.4 Позитронная аннигиляционная спектроскопия с переменной энергией ..	81
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	85
4.1 Потенциальные потребители исследования.....	85
4.2 Анализ конкурентных технических решений	86
4.3 SWOT-анализ.....	88
4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	90
4.5 Инициирование проекта	92
4.6 Организация и планирование работ	94

4.7 Продолжительность этапов работ	95
4.8 Бюджет научного исследования	98
4.9 Расчет материальных затрат	98
4.10 Основная заработная плата исполнителей исследования	99
4.11 Дополнительная заработная плата исполнителей исследования	101
4.12 Расчет затрат на социальный налог	101
4.13 Расчет накладных расходов	102
4.14 Расчет амортизационных расходов	102
4.15 Расчет общей себестоимости разработки	103
4.16 Определение сравнительной эффективности исследования	104
Глава 5. Социальная ответственность.....	109
Введение.....	109
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	109
5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства.....	109
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя	111
5.2 Производственная безопасность	111
5.3 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований	113
5.3.1 Анализ вредных факторов.....	113
5.3.1.1 Недостаточная освещенность рабочей зоны	113
5.3.1.2 Пониженная или повышенная температура воздуха рабочей зоны ..	116
5.3.1.3 Повышенный уровень шума	118
5.3.1.4 Повышенный уровень вибраций	119
5.3.1.5 Статические физические нагрузки	120
5.3.2 Анализ опасных факторов.....	120
5.3.2.1 Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека	121
5.3.2.2 Повышенный уровень статического электричества.....	122
5.3.2.3 Повышенная напряженность электрического поля.....	122

5.4 Экологическая безопасность.....	123
5.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	123
5.5.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований	123
5.5.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС	125
Выводы.....	126
Заключение	128
Список использованных источников	130
Приложение А	160
Приложение Б.....	162

Введение

За последние четыре десятилетия огромное количество исследований было посвящено синтезу, описанию и применению материалов наноразмерного уровня. Отчасти это объясняется непрерывным научно-техническим прогрессом, который позволил разрабатывать материалы с точностью до атомарного уровня [1–4]. Интерес к материалам, синтезированным на наноразмерном уровне, остается по-прежнему актуальным, поскольку наноразмерные компоненты обычно приводят к уникальным физическим и химическим свойствам [1, 5–9]. В настоящее время синтез и применение тонких пленок является одной из самых широких областей исследований в материаловедении.

Термин «тонкая пленка» означает слой материала, наложенный на поверхность [10, 11], целью которого является оптимизация свойств и/или обеспечение определенной функциональности принимающей подложки [11]. В зависимости от области, толщина «тонкой пленки» варьируется от нескольких атомных слоев до микрона ($1 \cdot 10^{-6}$ м) [11, 12], при этом обычно считается, что такая пленка представляет собой покрытие или пленку. Эти пленки или покрытия могут сами состоять из тонких пленок, как в случае с наномногослойными материалами. В целом, тонкие пленки используются во многих технологических и коммерческих областях, включая, помимо прочего, диффузионные барьеры в интегральных схемах, устройства хранения данных, упаковку продуктов питания и «умный» текстиль [11–13].

Хотя тонкие пленки могут быть изготовлены из полимеров, металлов, керамики или металлических сплавов [9, 13, 14, 17], металлы считаются особенно перспективными материалами в различных технологических областях, например, в катализе и биомедицине [18–20]. Успешное применение металлических тонких пленок во многом обусловлено тем, что они могут переносить структурные и химические несовершенства, сохраняя при этом интересные физические свойства. Несмотря на то, что многие тонкие пленки и

покрытия однородны по составу (гомофазные), некоторые из них получают путем чередования наноразмерных слоев двух (или более) различных однофазных металлов (гетерофазные) [9, 20–22]. Периодическую укладку различных металлических слоев с толщиной отдельных слоев менее 100 нм принято называть наноразмерные металлические слои (НМС), но их также часто называют нанопластинами, нанослоями, слоистыми композитами или конденсатами [3, 9, 22–25].

Изучение НМС стало популярным после открытия эффекта магнитосопротивления (ЭМС) [1, 19, 25–29]. Однако изготовление НМС началось в 1923 году с синтеза пленок Cd/Ag [8]. Вскоре после открытия ЭМС количество отчетов с описанием других свойств увеличилось экспоненциально. С тех пор НМС стали объектом исследований в области механических [6, 30–42], оптических [43–50], электрических [51] и магнитных [2, 3, 19, 52–54] свойств, а также устойчивости к радиационным повреждениям [55–62], теплопроводности [63] и термостабильности [37, 64–68]. В НМС механический отклик, повреждения, вызванные радиацией, и направления намагниченности в основном определяются наличием интерфейсов [6, 31–34, 36–38, 52, 69, 70–86]. Это объясняется тем, что по мере того, как отдельные повторяющиеся слои становятся тоньше, интерфейсы составляют значительную часть объема материала [34, 75, 86–88].

Большинство исследованных систем НМС содержат два различных чередующихся слоя металла. Такие биметаллические структуры классифицируются в зависимости от интерфейсов, образованных между обоими компонентами, как когерентные, полукogerентные или инкогерентные (некогерентные) системы [89, 90]. В когерентных системах (также называемых сверхрешетками) два металлических компонента имеют одинаковый тип кристаллической структуры и небольшое несоответствие решетки (в общем случае порядка нескольких процентов) [72, 91, 92]. В полукogerентных системах кристаллическая структура компонентов одинакова, но рассогласование решеток больше [82, 92]. Таким образом, чтобы

компенсировать рассогласование, образуются мисфитные дислокации (беспорядочные дислокации). Несогласованные системы формируются из материалов, имеющих различную кристаллическую структуру, что приводит к большему рассогласованию решетки [82, 92].

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) [93, 94] 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, наводороживание, облучение и т. д.

Теория аннигиляции позитронов в твердых телах [95] 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) [96–105]. 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 на микроструктуру и свойства НМС Zr/Nb.

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. Анализ микроструктуры НМС Zr/Nb после облучения протонами;
4. Исследование распределения дефектов в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами с помощью пучков позитронов с регулируемой энергией методом ПАС;
5. Анализ полученных результатов.

Глава 1. Радиационно-стойкие системы

Металлические наноразмерные слои (НМС) могут быть созданы путем осаждения из паровой фазы или магнетронных распылением, или путем электроосаждения двух или более различных металлов, чередующихся много раз, начиная с подходящей подложки, до достижения желаемой толщины [106, 107]. Прочность композитных материалов, полученных таким образом, зависит от толщины отдельных слоев при толщине слоя более 5 нм, но не зависит от толщины слоя менее 5 нм [107–109]. Этот максимум прочности зависит от свойств интерфейсов, поскольку пересечение дислокаций через интерфейсы становится доминирующим механизмом деформации на этих масштабах длины [108–116].

Передача скольжения через границы раздела затруднена в металлических многослойных структурах. Трудности в когерентных многослойных структурах, таких как Cu/Ni, можно интерпретировать с точки зрения высоких напряжений когерентности, которые необходимо преодолеть для передачи одиночной дислокации [108, 109]. Однако трудности в некогерентных системах приписываются интерфейсам, которые представляют собой необычайно сильный барьер для передачи скольжения [110–114]. Сопротивление скольжению, создаваемое интерфейсами, обусловлено относительно низкой прочностью на сдвиг интерфейсов [110–114].

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

1.1 Кубические наноразмерные мультислойные системы

Явными представителями системы ГЦК/ОЦК являются системы: Cu/Nb [117–127], Cu/V [128–132], Ni/Mo [133], W/Ni [134–136], Al/Nb [137], Cu/Mo [138], Cu/Ta [139], Ag/V [140,141], Cu/Fe [142, 143], Ni/Fe [144] и другие.

В работе Demkowicz M. J. с соавторами моделировалось поведение бислойных покрытий Cu/Nb согласно модели Курдюмова-Сакса [117]. В результате моделирования было сделано следующее заключение: геометрия интерфейса играет центральную роль среди факторов, определяющих свойства интерфейсов Cu/Nb: она определяет расположение дислокаций межфазного несоответствия и упругие искажения, связанные с деформированным внутрифазным слоем Cu. Наряду с такими величинами, как упругие константы и энергии разрушения решетки, она может быть использована для оценки вероятности образования аналогичных конфигураций в интерфейсах между материалами, отличными от Cu или Nb. Интерфейсы, чьи структуры и поведение точечных дефектов напоминают те, что наблюдаются в Cu/Nb, образуют класс интерфейсов, снижающих радиационное повреждение, которые могут быть включены в нанокompозитные покрытия. В интерфейсах Cu/Nb не существует такого понятия, как «точечный дефект», даже если соседний материал является кристаллическим. Вместо этого в результате удаления или внедрения атомов возникают пары удлиненных дефектов с низкой эффективной энергией образования и дальним взаимодействием, что позволяет этим интерфейсам уменьшить радиационное повреждение [117]. Также известно, что дислокации вблизи границы раздела НМС Cu/Nb испытывают притяжение к ней. Это притяжение вызвано сдвигом границы раздела, индуцированным полем напряжения дислокации. Что еще более важно, атомарное моделирование также показывает, что межфазные дислокации легко перемещаются в интерфейсах как скольжением, так и подъемом [118].

Wang Y. C. с соавторами исследовали НМС Cu/Nb с толщиной отдельных слоев 40 нм, состоящие из 500 слоев Cu и Nb общей толщиной 40 мкм. В результате исследования НМС Cu/Nb было выявлено, что НМС Cu/Nb демонстрирует предел усталости около 450 МПа, высокая усталостная прочность 40 нм НМС Cu/Nb хорошо коррелирует с его высокой прочностью на растяжение около 1400 МПа [119].

Несмешивающиеся нанослои Cu/Nb с толщиной слоя в 2,5 нм, показывают чрезвычайную устойчивость к смешиванию, вызванному облучением ионами He [120]. 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 [121]. На рисунке 1.1 представлено изображение с просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) НМС Cu/Nb после облучения ионами He³⁺. На рисунке 1.1 «He bubbles» – пузырьки He, «free surface» – поверхность, «substrate» – подложка, «He concentration» – концентрация He, «uncertainly» – неточности, «detection limit» – предел детектирования, «1/nm³» – 1/нм³, «depth measured from free surface (nm)» – глубина от поверхности (нм).

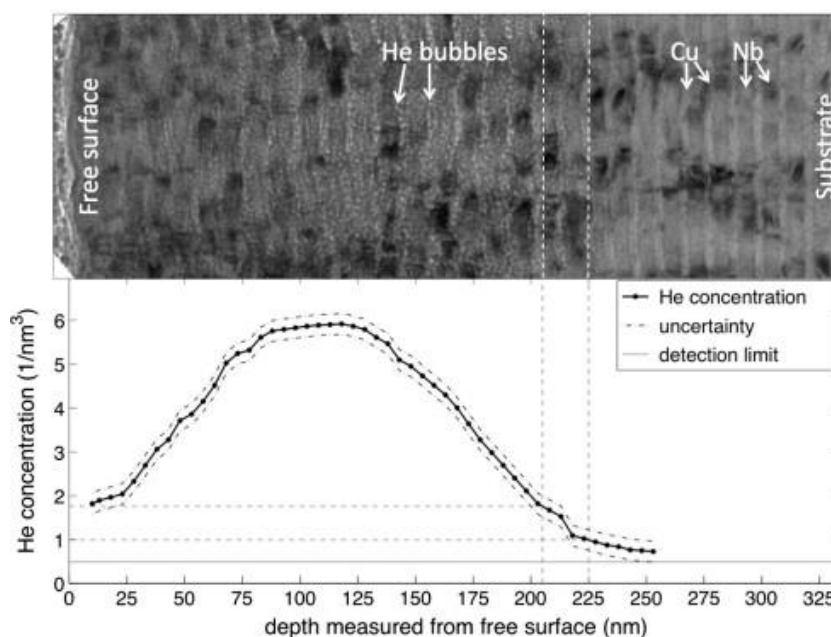


Рисунок 1.1 – Сравнение микрофотоснимка ПЭМ многослойного имплантированного He³ Cu/Nb (вверху) и соответствующего профиля концентрации He, измеренного с помощью анализа ядерной реакции (внизу), показывает критическую глубину, на которой не наблюдается пузырьков He (обозначено пунктирными линиями), даже несмотря на то, что He концентрация не равна нулю [120]

В работе [122] 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 [128, 130, 132] 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 S. с соавторами исследовали механизм усталостно-индуцированного повреждения интерфейса в НМС Cu/V был с помощью современной просвечивающей электронной микроскопии *in situ*. При циклическом сжатии наноразмерные металлические слои Cu/V демонстрируют контролируемую интерфейсом усталостную деформацию, а морфология интерфейса наностолбчатых НМС Cu/V значительно изменяется после 200 циклических нагрузок. Циклическая деформация вызвала появление наноразмерных интрузий/экструзий на биметаллическом интерфейсе, в то время как признаков устойчивых полос скольжения или трещин не наблюдалось. Образование наноинтрузий/экструзий может быть связано с возвратно-поступательным движением дефекта и сильным взаимодействием дефекта с поверхностью во время усталостных испытаний [131].

В работе [132] НМС Cu/V с толщиной отдельных слоев от 2,5 нм до 100 нм были облучены ионами гелия (He) с энергией 1 МэВ при флюенсе $6 \cdot 10^{16}$ ион/см² при комнатной температуре. Удельное сопротивление НМС Cu/V после ионного облучения оценивалось как функция толщины отдельных слоев при 300 К и сравнивалось с их удельным сопротивлением до ионного облучения. Результаты показывают, что изменение удельного сопротивления до и после ионного облучения в значительной степени определяется структурой интерфейса, границами зерен и радиационно-индуцированными дефектами.

Для описания удельного сопротивления ионно-облученных НМС Cu/V была предложена модель, скорректированная на основе модели, использованной для описания удельного сопротивления осажденных многослойных пленок Cu/V, с учетом точечных дефектов, индуцированных ионным облучением, эффекта поглощения дефектов на границе раздела и эффекта микроструктуры границы раздела в многослойных пленках.

В работе [133] исследована взаимозависимость между микроструктурой осажденных напылением сверхрешеток Ni(111)/Mo(110) и их упругим поведением в зависимости от периодов бислоя L. Измерения с помощью бриллюэновского рассеяния света показывают, что с уменьшением L происходит резкое смягчение эффективного модуля сдвига до $L = 2$ нм, где он достигает – 62 %. При очень низких дозах облучения 0,1 дра, снятие расширения решетки и связанных с ним сжимающих напряжений не вызывает никаких изменений в упругом отклике, что указывает на то, что упругое поведение выращенных многослойных материалов не коррелирует с наличием упругих деформаций. Более того, детальный анализ рентгеновской дифракции показывает, что параметр решетки слоев Mo без деформации имеет линейную зависимость от плотности интерфейса, в то время как параметр решетки Ni без деформации остается почти неизменным в том же диапазоне. Этот эффект можно объяснить межфазным перемешиванием 1,5 монослоя Ni с слоями Mo, как следствие динамической сегрегации атомов Ni во время роста. Таким образом, образование межфазных метастабильных и пересыщенных твердых растворов, структурно и механически нестабильных, является причиной огромного упругого размягчения, наблюдаемого в этой системе.

В работе [134] исследовалось поведение гелия в бислойном нанокompозите W/Ni. Граница раздела W/Ni является эффективным поглотителем атомов гелия, и хранение гелия на границе раздела W/Ni может достичь насыщения при высоком флюенсе имплантации. С увеличением флюенса имплантации в слое Ni и W наблюдаются небольшие пузырьки гелия размером ~ 1 нм при $1 \cdot 10^{17}$ ион/см². Механизм захвата и миграции, полученный

с помощью DFT–расчетов, согласно которому замещающие и междоузельные частицы на границе раздела W/Ni являются энергетически выгодными узлами для атомов гелия приводит к агрегации атомов гелия на границе раздела W/Ni. Согласно экспериментальным данным и результатам расчетов DFT, предполагается, что атомы гелия, захваченные на границе раздела W/Ni, в основном мигрируют из слоя W, а наличие слоя Ni в бислойном нанокompозите W/Ni может защитить слой W от вредного воздействия гелия. Следовательно, диспергирование никель-наночастиц в вольфраме может защитить вольфрам от вредного воздействия гелия за счет адсорбции гелия на границе раздела W/Ni и никель-наночастиц. То есть, устойчивость материалов к гелию может быть эффективно улучшена путем изменения состава дисперсных наночастиц и структуры интерфейса между наночастицами и матричными материалами.

Wei Q. M. в своей работе [140] исследовал радиационное упрочнение НМС на основе Ag/V. Как видно из рисунка 1.2, 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 1.2 «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.

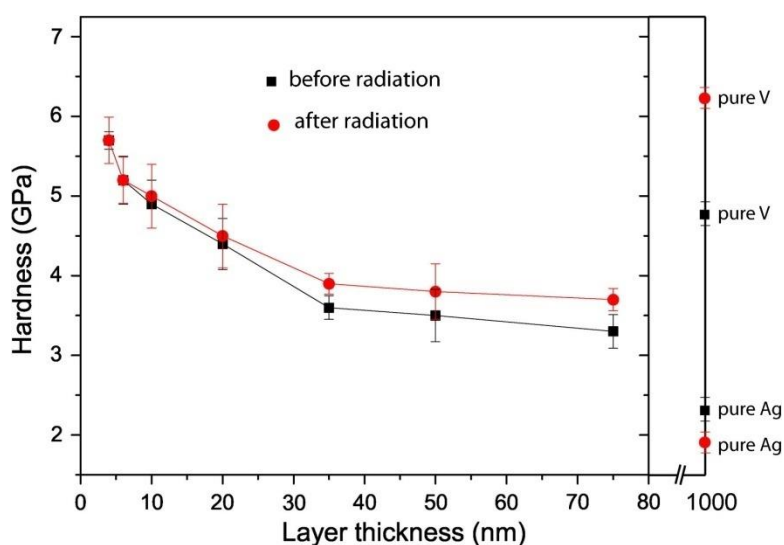


Рисунок 1.2 – Соотношение между твердостью и толщиной слоя до и после имплантации. Твердость чистого Ag и V показана на вертикальных осях [140]

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. с соавторами [145] был назван критерий: в случае несовпадения параметров решетки на 9% и более, возможен, сток дефектов к некогерентным границам.

В работе Chen F. [146] исследовалось воздействие облучения ионами 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 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 в работе Li N. [147], 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 таких систем являются системы Ag/Ni [148, 149], Cu/Ag [150], Cu/W [151–155].

Примером такой системы является НМС на основе Ag/Ni в работе Yu K. Y. [148] 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 1.3) первоначально увеличивалась с глубиной имплантации, приближалась к пиковому значению на глубине ~ 350–400 нм, а затем продолжала падать до глубины ~ 600 нм. Для сравнения, максимальная плотность пузырьков в пленке Ag/Ni 2 нм на ~ 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 1.3. На рисунке 1.3 «He bubble density ($\times 10^{24} \text{ m}^{-3}$)» – плотность пузырьков He ($\cdot 10^{24} \text{ м}^{-3}$), «He Concentration (at. %)» – Концентрация He (ат. %), «Depth (nm)» – Глубина (нм), «peak damage area» – область максимальных повреждений.

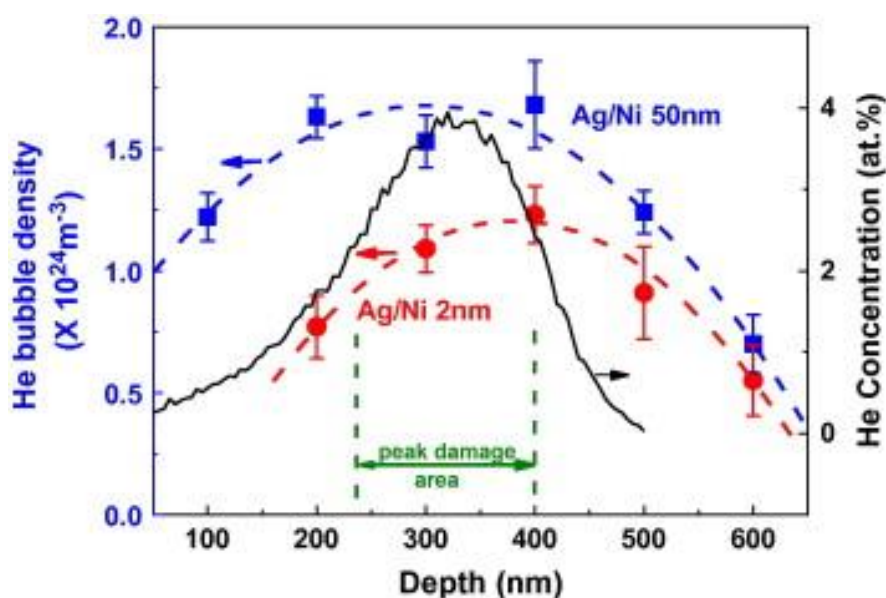


Рисунок 1.3 – Эволюция плотности пузырьков как функция глубины для многослойных слоев Ag/Ni, облученных ионами He 50 нм (синий) и Ag/Ni 2 нм (красный) [148]

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 1.4а. 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 1.4б). Используя правило смешивания, среднее значение увеличения твердости относительно начального значения НМС Ag/Ni составляет ~ 1 ГПа. На рисунке 1.4 « ΔH_{IT} (GPa)» – увеличение твердости рассчитанное по методу смешивания (ГПа) , « $h^{-1/2}$ (nm $^{-1/2}$)» – толщина индивидуального слоя (nm $^{-1/2}$) , «Proton irradiated» – протонное облучение, «He irradiated» – облучение ионами He , «pure Ni» – чистый Ni , «pure Ag» – чистое Ag).

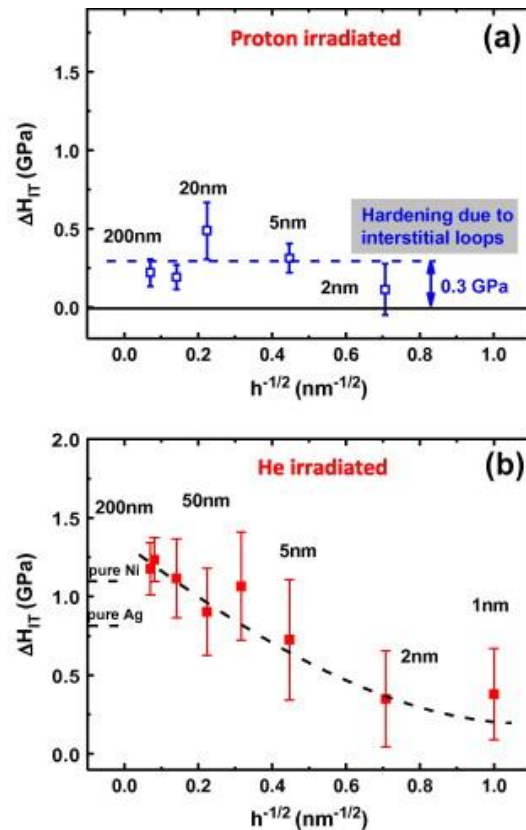


Рисунок 1.4 – Упрочнение, вызванное (а) протонным и (b) ионным облучением He, в зависимости от $h^{-1/2}$, где h - толщина отдельного слоя [148]

В работе [149] исследовалось влияние *in situ* облучения Kr^+ до 1 dpa (флюенс $2 \cdot 10^{14}$ ион/см²) на покрытия Ag и Ni и НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 5 и 50 нм. Покрытие Ag имеет высокую плотность мелких дислокационных петель (4 нм в диаметре), в то время как Ni имеет меньшую плотность, но гораздо больших размеров дислокационные петли (более 20 нм). Для сравнения, дислокационные петли диаметром ~ 4 нм были основными дефектами в облученном НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 50 нм, в то время как в НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 5 нм дислокационные петли практически не наблюдались. При 0,2 dpa ($0,4 \cdot 10^{14}$ ион/см²) плотность дефектов в покрытиях Ag и Ni насыщалась на $1,6$ и $0,2 \cdot 10^{23}/\text{м}^3$, по сравнению с $0,8 \cdot 10^{23}/\text{м}^3$ в НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 50 нм при флюенсе насыщения ~ 1 dpa ($2 \cdot 10^{14}$ ион/см²). Прямые наблюдения частого поглощения дислокационных петель на границах слоев позволяют предположить, что эти границы являются эффективными поглотителями дефектов. НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 5 нм продемонстрировала превосходную морфологическую устойчивость к радиации по сравнению с НМС Ag/Ni с толщиной индивидуальных слоев 50 нм.

Работа Wang M. [150] 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 Al_2O_3 , а затем герметизировали чистым аргоном до давления, немного превышающего 1 атм. Для их плавления и перемешивания пробирку медленно нагревали до 1150 °C в вертикальной печи. После выдерживания при 1150 °C 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 1.5). 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 1.5 «Depth (nm)» – Глубина (нм), «He ions» – ионы He, «Bump» – выпуклость, «He concentration (at. %)» – концентрация He (ат. %), «Damage (dpa)» – повреждения (dpa).

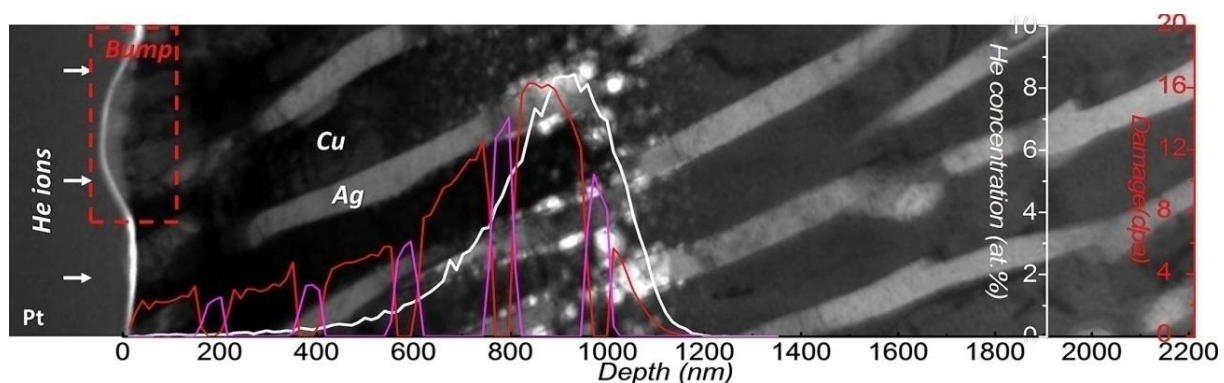


Рисунок 1.5 – Изображение ПЭМ в поперечном сечении, показывающее распределение индуцированных излучением дефектов в области имплантации He. Концентрация He и распределение дефектов моделируются с помощью SRIM [150]

В работе [151] изучалась систематика температурной зависимости выделения He из НМС Cu/W. Микроструктурное развитие и рост газовых

пузырьков в НМС Cu/W, индуцированные облучением гелием при температуре (Т) в диапазоне от 300 К до 673 К, демонстрировали три различных механизма выделения He, которые сильно зависели от соотношения $T/T_{пл}(Cu)$. Во-первых, при имплантации при 300 К (около $T/T_{пл}(Cu) = 0,22$) наблюдалась определенная степень волдыреобразования при критической дозе выше $5 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$. Во-вторых, при облучении с более высокой температуре (около $T/T_{пл}(Cu) = 0,35$), имплантированные образцы характеризовались обширными волдырями только при дозе выше $2 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$. Продолжающееся накопление He в сочетании с повышенной поверхностной диффузией при относительно более высокой температуре приводит к большому росту напряжения, вызывая смятие имплантированного слоя от границы раздела НМС Cu/W. Наконец, при температуре 673 К (около $T/T_m(Cu) = 0,5$) образец расслаивается и образуется шероховатая, пористая поверхность. При этой температуре поведение гелия в пленках Cu и W заметно отличалось. Основным повреждением пленки меди при высокой температуре ($\geq 0,5 T_{пл}$) было образование небольших отверстий. Дырочная структура обеспечивала короткие диффузионные пути для выхода, имплантированного He, что приводило к очень сильной тенденции He к скоплению и быстрому осаждению в пузырьки He. Таким образом, скопление пузырьков может привести к образованию заметных волдырей на поверхности многослойных образцов Cu/W, сопровождающихся отслаиванием по механизму трещин.

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 смещения, 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 [155].

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. [156] 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 1.6 прямая линия, отражающая наклон Холла-Петча k_σ , соответствует линейной зависимости $\sigma \sim h^{-0.5}$ для относительно большой толщины индивидуального слоя (h). Наклон Холла-Петча k_σ составляет 4,99 ГПа $\sqrt{\text{нм}}$.

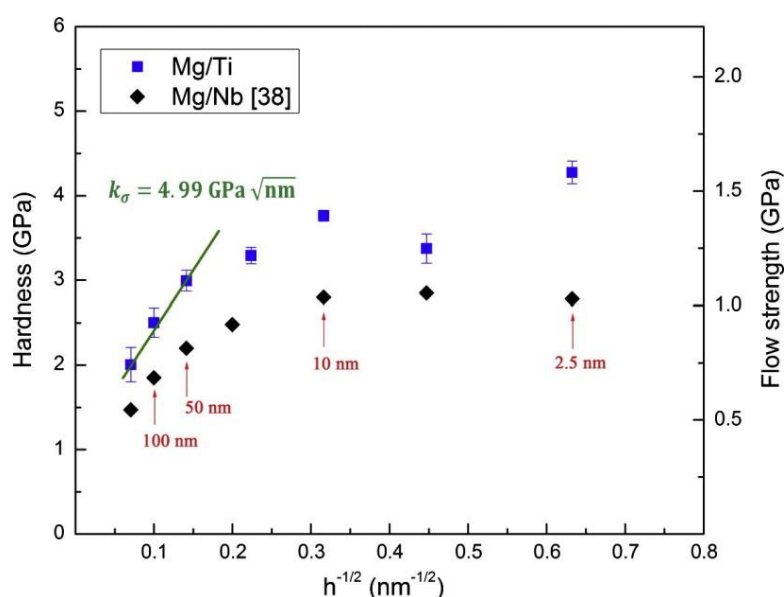


Рисунок 1.6 – График зависимости твердости H и текучести σ как функции $h^{-1/2}$

для НМС Mg/Ti. Для сравнения также приведены результаты НМС Mg/Nb.

Результаты системы Mg/Nb взяты из работы. [157]. Прочность течения определяется путем деления твердости H на коэффициент 2,7 [156]

На рисунке 1.6 «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.

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 систем ГПУ/ГЦК являются системы Cu/Zr [158], Ag/Co [159], Cu/Co [160], Al/Ti [161, 162], Ni/Ti [163] и другие.

Примером ГПУ/ГЦК системы является НМС на основе Cu/Zr. В работе Zhang J.Y. [158] 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 1.7 «Force (μN)» – Нагрузка (μH), «Displacement (nm)» – Удлинение (нм), «True stress σ (MPa)» – Реальное напряжение σ (МПа), «True strain ε » – Реальное растяжение ε .

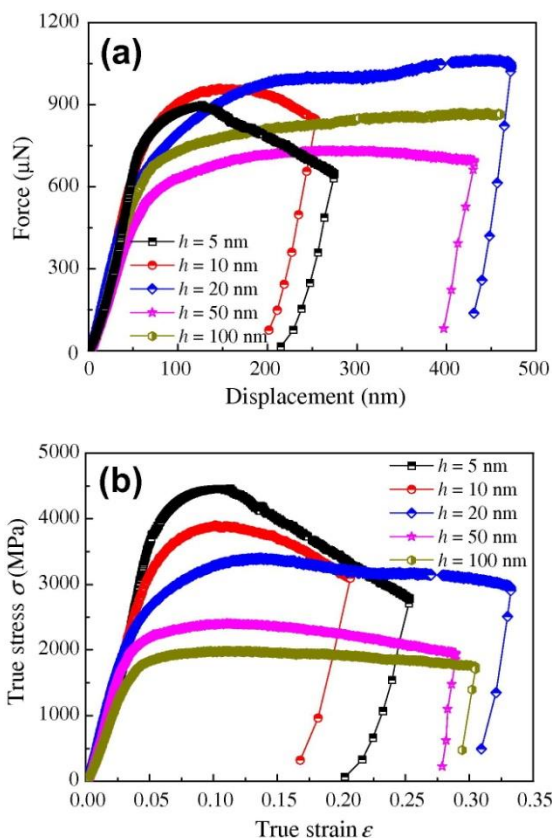


Рисунок 1.7 – (а) Графики нагрузки-смещения в результате испытаний на одноосное сжатие столбчатых НМС Cu/Zr с пятью различными значениями толщин индивидуальных слоев – h . (б) Соответствующие графики истинных напряжений – деформаций для столбчатых НМС Cu/Zr с пятью различными значениями h [158]

Проанализировав рисунок 1.7 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 зёрновой 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.

Авторы работы [159] исследовали влияние облучения ионами C^+ с энергией 6 МэВ на НМС Ag/Co. Доза облучения составила $2 \cdot 10^{15}$ ион/см² и

$6 \cdot 10^{15}$ ион/см². В результате облучение НМС Ag/Co ионами C⁺ наблюдался эффект уменьшения упругих констант, вносимых слоистой структурой.

В работе [161] представлено сравнительное исследование структурных изменений, индуцированных в НМС Al/Ti и AlN/TiN при облучении ионами аргона. Слои были осаждены на подложки Si методом ионного распыления в случае чистых металлов и реактивного ионного распыления в случае нитридов металлов до общей толщины ~270 нм с толщиной индивидуальных слоев ~27 нм. Для ионного облучения мы использовали ионы Ar⁺ с энергией 200 кэВ. Имплантация проводилась при комнатной температуре, при флюенсах от $5 \cdot 10^{15}$ до $4 \cdot 10^{16}$ ион/см². В результате сравнения НМС AlN/TiN демонстрирует гораздо более высокую стабильность при облучении ионами аргона по сравнению с НМС Al/Ti. В НМС Al/Ti наблюдается прогрессирующее перемешивание с увеличением флюенса ионов. Ионное облучение вызывает увеличение среднего размера зерна, но многослойная структура сохраняется. В НМС AlN/TiN не было зарегистрировано перемешивания интерфейсов ни при одном из применяемых флюенсов облучения. Слои сохраняют четкие границы раздела и очень тонкую поликристаллическую структуру. Иное поведение по сравнению с НМС Al/Ti объясняется несмешиваемостью AlN и TiN.

В работе [163] исследовалось влияние облучения ионами Ar на межфазные реакции, индуцированные в НМС Ni/Ti. НМС, состоящие из 10 чередующихся слоев Ni (~26 нм) и Ti (~20 нм) общей толщиной ~230 нм. Облучение аргоном проводилось при 180 кэВ, дозах $1-6 \cdot 10^{16}$ ион/см², образцы выдерживались при комнатной температуре. Проектируемый диапазон имплантированных ионов составляет 86 ± 36 нм, максимальные потери энергии ближе к поверхности, а максимальные смещения на атом (dpa) от 47 до 284 для Ni и от 26 до 156 для Ti. Ионное облучение вызывает прогрессирующее смешение в виде выросшей аморфной фазы в зоне наибольшего воздействия, толщина смеси линейно увеличивается с дозой облучения. Движущей силой является высокая отрицательная энтальпия реакции и высокая диффузионная способность Ni в Ti, а реакция поддерживается при комнатной температуре

ионным облучением. Выросшая аморфная фаза начинается с более высокой концентрации Ni с начальных стадий, насыщаясь при соотношении Ni : Ti ~ 66 : 34. Толстый аморфный слой (~127 нм), сформированный в поверхностной области структуры, намного больше, чем в случае термически индуцированной диффузии. Интересным результатом является стабильность смешанной аморфной фазы при самой высокой дозе облучения, когда концентрация имплантированного Ag достигает 6–7 ат. %.

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. с соавторами в своей работе [164] 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 Ag⁺ с энергией 200 кэВ, энергия была подобрана так чтобы ионы высаживались на середине полученного НМС. На рисунке 1.8 «dislocation loops» – дислокационные петли, «bubbles» – пузырьки, «am – Si» – аморфный слой Si, «1stTi» – первый слой Ti, «2ndTa» – второй слой Ta, «3rdTi» – третий слой Ti, «4thTa» – четвертый слой Ta, «5thTi» – пятый слой Ti, «6thTa» – шестой слой Ta, «7thTi» – седьмой слой Ti, «8thTa» – восьмой слой Ta, «9thTi» – девятый слой Ti, «10thTa» – десятый слой Ta, «nm» – нм.

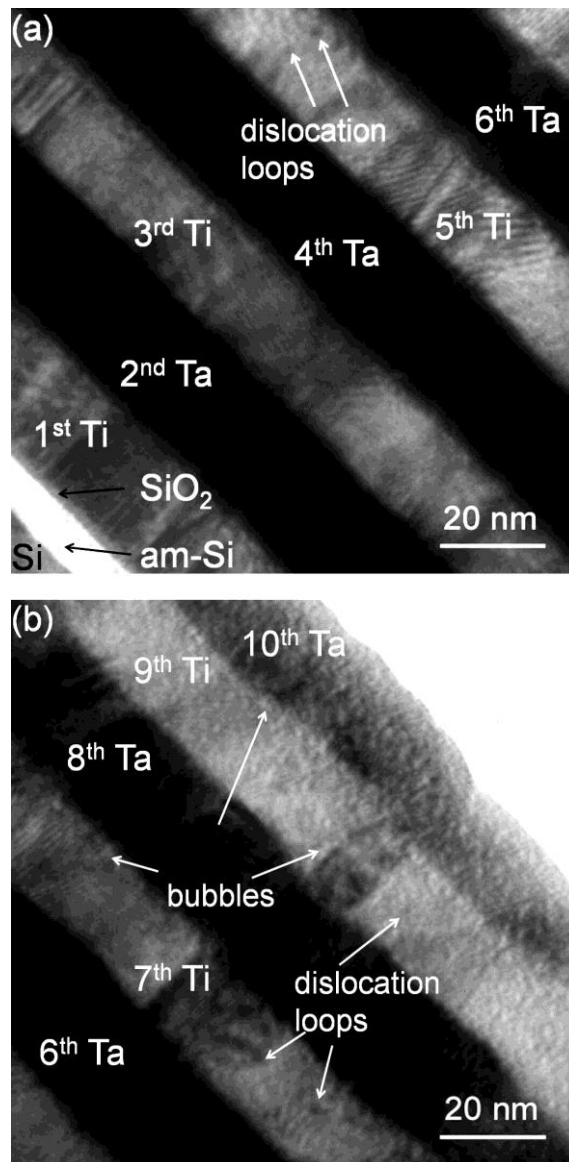


Рисунок 1.8 – ПЭМ - анализ поперечного сечения НМС Ta/Ti, имплантированного до $2 \cdot 10^{16}$ ионов/см²: (а) внутренняя область по направлению к Si; (б) внешняя область к поверхности. Субнанометрические яркие и темные черты обозначены стрелками [164]

Результаты анализа ПЭМ дали дополнительное понимание возможных структурных изменений, вызванных ионным облучением. На рисунке 1.8 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 ~ 20 нм. На поверхности Si находится тонкий слой аморфного Si, образующийся при очистке подложек

распылением. Поверх внешнего слоя Та мы наблюдаем тонкий слой поверхностного оксида. После ионного облучения слои Та и Тi 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 Та - Тi и на границах зерен. Они могут представлять собой пузырьки Ar или сгруппированные пустоты, темные пятна, видимые как в Та, так и в Тi, 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 [165] представили результаты взаимодействия тяжелых ионов Au⁹⁺ 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 Au⁹⁺ 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 [37, 166–172].

В работе Frutos E. с соавторами [37] исследовались механические характеристики НМС Zr/Nb с различной периодичностью толщин бинарных слоев (λ) 10, 30 и 60 нм, соответственно. Было обнаружено, что при уменьшении λ 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 λ 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 1.9 также представлены профили твердости после устранения эффекта подложки. Как видно на рисунке 1.9, для большего отношения h/t и меньшего λ 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 1.9). Максимальное значение H_f для $\lambda = 60$ нм и уменьшается с уменьшением λ с 5,31 до 4,84 ГПа. На рисунке 1.9 «Berkovich Hardness (GPa)» – твердость по Берковичу (ГПа), « h/t » – отношения между максимальной глубиной индентирования h и общей толщиной слоя t .

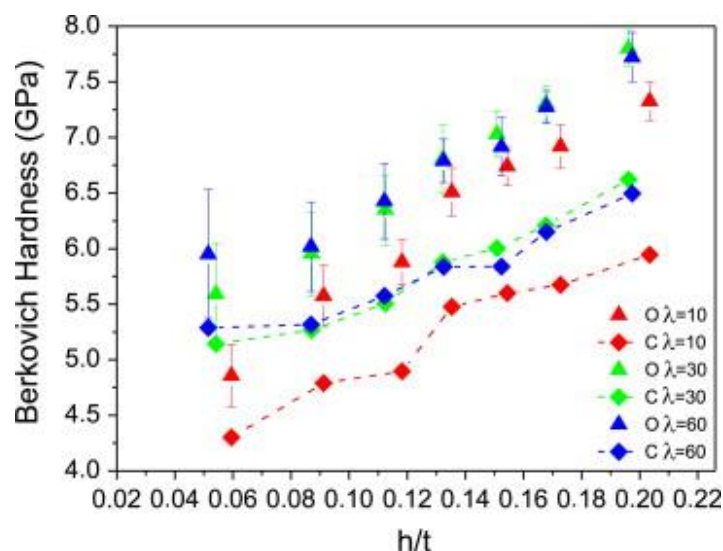


Рисунок 1.9 – Значения твердости по Берковичу из теста наноиндентирования (O) и действительные значения твердости по Берковичу, рассчитанные (C), как функция отношения между максимальной глубиной индентирования h и общей толщиной слоя t для трех периодичностей, исследованных в НМС Zr/Nb [37]

В работе Callisti M. [166] 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 усиления 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 Оровановском 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 1.10. На рисунке 1.10 «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.

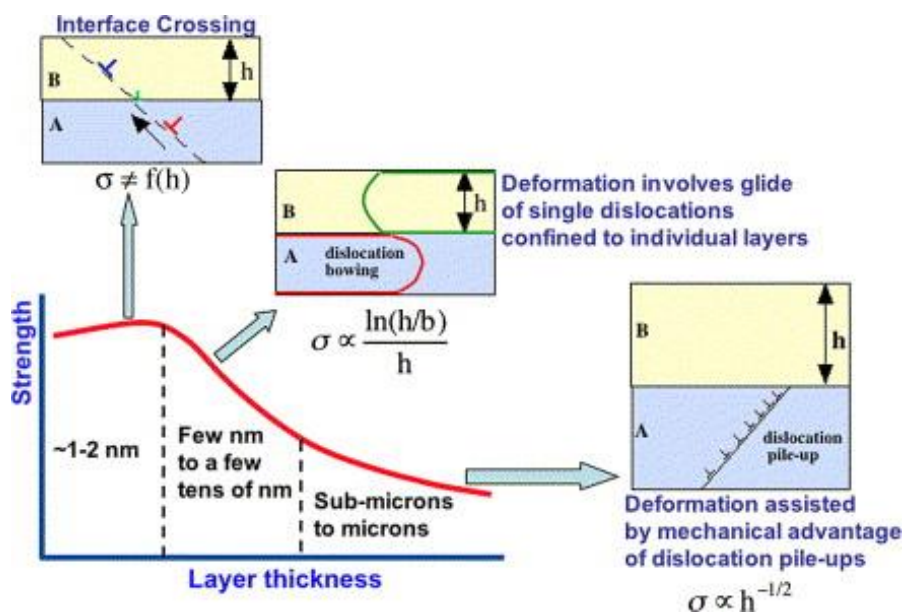


Рисунок 1.10 – Схематическое изображение дислокационных механизмов НМС, действующих для разных толщин индивидуальных слоев h [166]

Структурный анализ сжатых НМС с $L \leq 27$ нм выявил изменение пластического поведения α -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 α -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. [166] 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 °C в течении от 1 до 336 часов. Модуль упругости увеличился на ~ 20%, а твердость на ~ 42% после 15 ч отжига (рисунок 1.11). 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 ZrO₂ (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 1.11.).

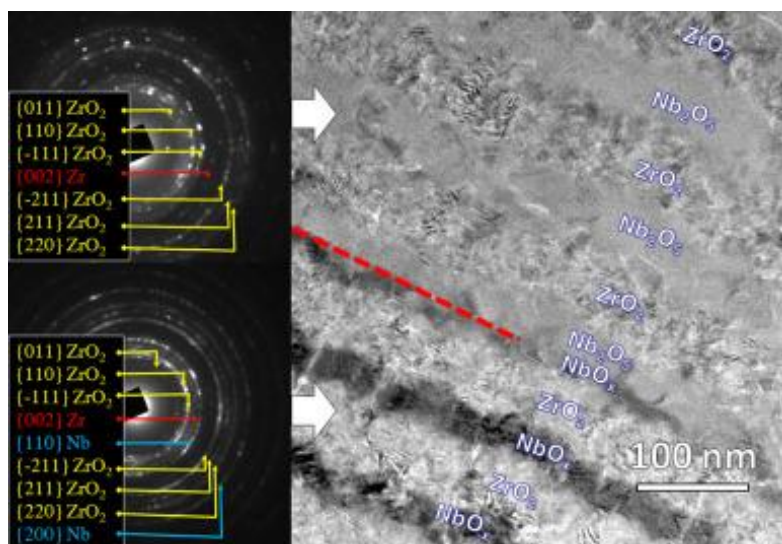


Рисунок 1.11 – Микрофотографии поперечного сечения светлого поля ПЭМ многослойного Zr/Nb, отожженного в течение 168 ч при 350 °C. Прерывистая красная линия обозначает границу окисления Nb [166]

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. [167]. Распределение плотности поверхности раздела сыграло главную роль в природе и количестве накопленного радиационного повреждения. На рисунке 1.12 «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.

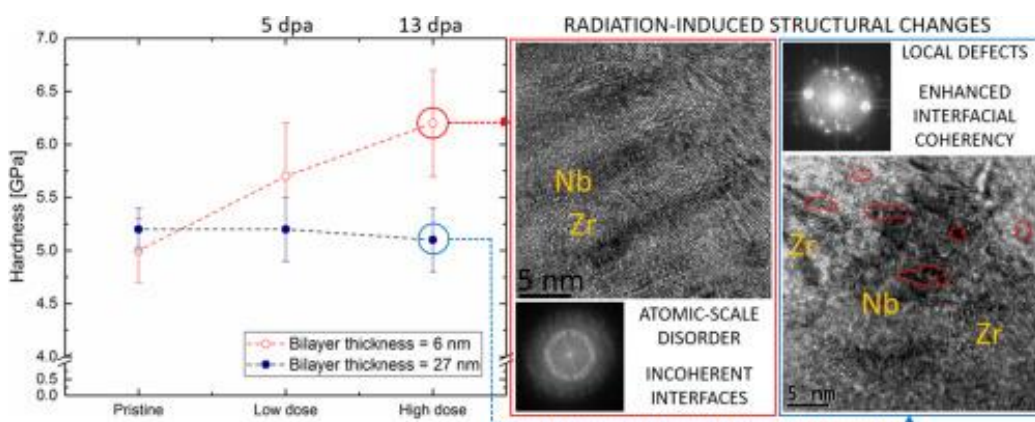


Рисунок 1.12 – Зависимость твердости от дозы облучения ионами Si на НМС Zr/Nb - слева, объяснение возможных процессов при облучении НМС Zr/Nb - справа. [167]

Для НМС с периодичностью 6 нм облучение ионами Si привело к значительному уровню беспорядка на атомном уровне, что привело к значительному радиационному упрочнению (рисунок 1.12). 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. с соавторами [168] исследовал взаимодействие НМС Zr/Nb с периодичностью (λ) 10, 30 и 60 нм с γ -облучением, образцы облучались в течение продолжительного времени (1311 ч) γ -квантами с энергией 1,25 МэВ и дозой 510 кГр.

Для понимания влияния γ -излучения на микроструктуру НМС, было проведено качественное сравнение рентгенограмм, полученных до и после облучения (рисунок 1.13). 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 γ -излучения. 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.

На рисунке 1.13 «Intensity (Arb. Unit)» – Интенсивность (отн. ед.), « 2θ (deg.)» – 2θ (град.), «As-deposited» – Исходный образец, « γ -ray irradiated» – после облучения γ -квантами, «nm» – нм.

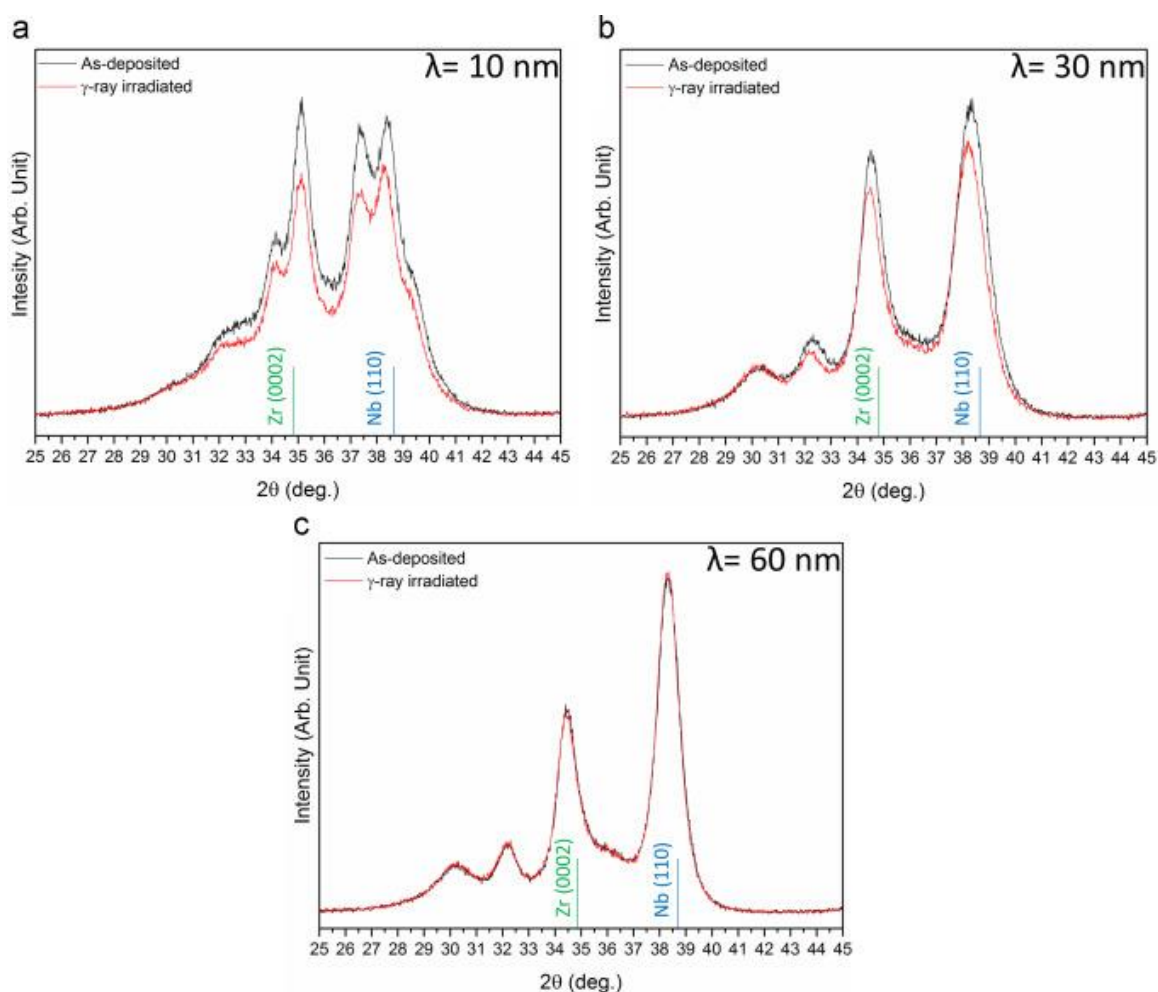


Рисунок 1.13 – Рентгеноструктурный анализ НМС Zr/Nb до и после облучения с периодичностью: (а) 10 нм, (б) 30 нм и (в) 60 нм [168]

В работе Sen H. S. [169] 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 1.14.). Интерфейс, естественно, действует как приемник для вакансий, так и для атомов He. Следовательно, при достаточной энергии (то есть температуре) как атом He, так

и вакансии будут притягиваться к границе раздела из окрестности. Когда в системе присутствуют как атом He, так и вакансии, 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.

На рисунке 1.14 «1stNb layer» – Первый слой Nb, «1stZr layer» – Первый слой Zr, «Interface» – Интерфейс или граница раздела.

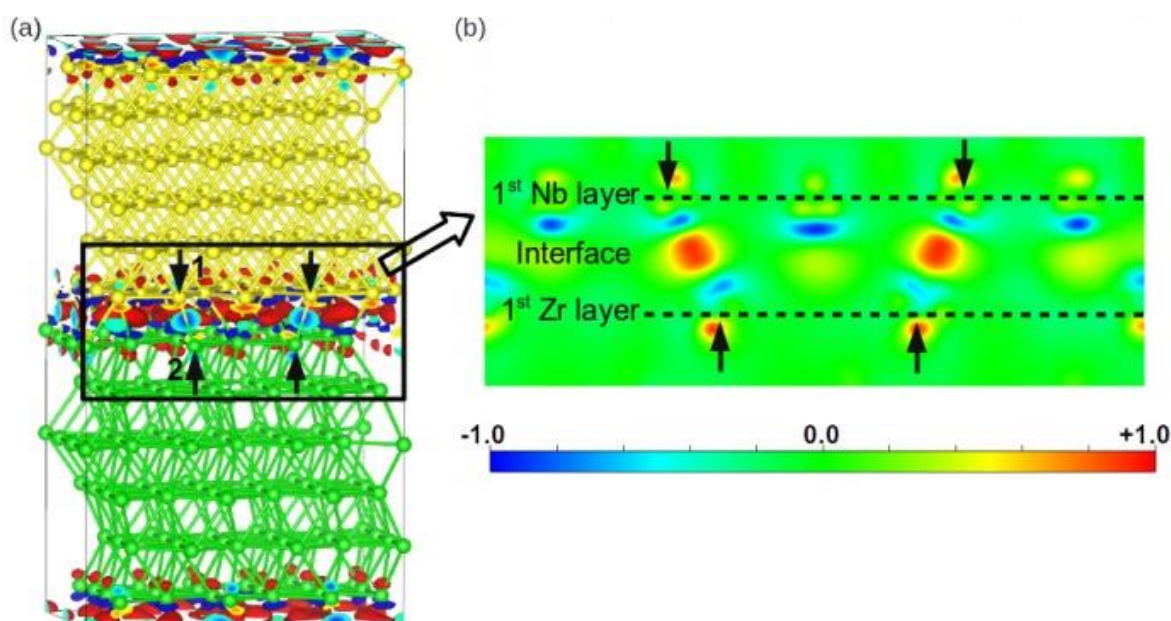


Рисунок 1.14 – а) Профиль плотности заряда. Зеленые и желтые сферы представляют атомы Zr и Nb, соответственно. Красный и синий цвета представляют места, где электроны накапливаются (отрицательно заряженные) и уменьшаются (положительно заряженные). б) Двухмерный график плотности заряда для поперечного сечения (плоскость $y = 0$), показанный в (а) прямоугольником. Черные стрелки в (а) и (б) указывают положение атомов, которые находятся на поперечном разрезе [169]

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 He 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 He поместится внутри вакансии без выполнения дорогостоящих дополнительных вычислений не ясен, но как только пространство внутри вакансии заполнится, возможно, что другие атомы He будут располагаться вокруг вакансии, в основном в той же или соседних плоскостях, так как взаимодействие между вакансией и He уменьшает полную энергию и взаимодействие очень быстро сходится в направлении, перпендикулярном границе раздела. В любом случае, мы ожидаем, что атомы He будут накапливаться главным образом на стороне циркониевой границы раздела из-за более низкой электронной плотности.

Laptev R. с соавторами в своей работе [170] исследовал возникновение дефектов и распределение слоев в НМС Zr/Nb, исследовались 2 системы с 10 и 40 слоями, с толщиной индивидуальных слоев 100 и 25 нм, Zr / Nb 100 и Zr/Nb 25, соответственно. Покрытия облучались протонами с энергией 900 кэВ в течение различного времени от 60 до 120 минут. Распределение слоев исследовалось с помощью оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда (ОЭС–ТР). Исследование показало, что слои не перемешиваются как до, так и после облучения протонами. Дефектная структура покрытий исследовалась с помощью пучковой позитронной спектроскопии с переменной энергией. Данный метод, за счет изменения энергии имплантируемых позитронов, хорошо себя зарекомендовал для анализа НМС. Изучение распределения дефектов в НМС Zr/Nb до и после облучения протонами с использованием позитронных пучков с переменной энергией методом доплеровского уширения аннигиляционной линии показало, что структура дефектов образцов до и после облучения находится примерно на одном уровне; в некоторых случаях на глубине около 800 нм, соответствующей пику Брэгга, наблюдалось некоторое снижение дефектов в облучаемых образцах. Эволюция микроструктуры, исследуемая с помощью рентгеноструктурного анализа, НМС

Zr/Nb после облучения продемонстрировала хорошую радиационную устойчивость к облучению 900 кэВ Н⁺. Однако были обнаружены некоторые незначительные изменения в положениях дифракционных пиков и полной ширине на половине максимальных значений. Zr/Nb 25 показал более высокую чувствительность к дозам при 60 и 90 минутах облучения, а Zr / Nb 100 был более чувствителен к дозам при 120 минутах облучения. Исследование электрического сопротивления показало практически нулевые изменения сопротивления после облучения для большинства режимов. Для Zr/Nb100, облучаемых в течение 60 и 90 мин, наблюдалось снижение удельного сопротивления на 10 % и 26 %, соответственно. Исследования показали, что облучение Zr/Nb НМС с Н⁺ не привело к каким-либо серьезным повреждениям, а в некоторых случаях структура покрытий стала более упорядоченной, чем в исходных образцах. Это явление можно объяснить тем, что при таких дозах скорость образования дефектов подавляется большой объемной плотностью некогерентных границ раздела и не достаточна для формирования стабильной дефектной структуры. Кроме того, макронапряжения на границах раздела, возникающие при облучении, стимулируют диффузионную подвижность дефектов, что приводит к снижению общего уровня дефекта.

Все вышеперечисленные системы получались методом магнетронного распыления, так как данный метод имеет ряд преимуществ [173]:

- 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).

1.4 Керамические наноразмерные мультислойные системы

Высокотемпературная стабильность представляет интерес, например, для покрытий на основе нитридов, которые могут применяться в качестве режущего инструмента; увеличение скорости резания и подачи, а также сухая резка (т.е. без смазки) являются тенденциями в этой отрасли, что приводит к повышению температуры резания.

Для создания стабильных при высоких температурах НМС необходимо учитывать два основных фактора. Во-первых, два материала должны быть термодинамически стабильными по отношению друг к другу, т.е. они не должны образовывать соединений или проявлять заметную смешиваемость. Во-вторых, они должны образовывать стабильные низкоэнергетические когерентные интерфейсы, предпочтительно с гораздо меньшей энергией для одной конкретной ориентации интерфейса.

Одним из примеров является сочетание нитридных и боридных слоев, таких как TiN/TiB₂ и ZrN/ZrB₂ [174]. Подавляющее большинство комбинаций материалов, удовлетворяющих второму критерию, являются изоструктурными (например, Cu/Ni [175] и TiN/NbN [176]); однако они обычно смешиваются и, следовательно, не удовлетворяют первому критерию. С другой стороны, комбинации металлов ВСС, т.е. Fe, Cr, Mo и W, и В1-структурных нитридов, т.е. VN, TiN, NbN, ZrN и HfN. Несколько комбинаций удовлетворяют выше указанным критериям – W/ZrN [177], W/NbN [178, 179], W/AlN [180] и Mo/NbN [178], Fe/TiC [181], W/TiC [182].

Данные НМС продемонстрировали высокотемпературную стабильность и повышение твердости. Такие материалы обычно удовлетворяют первому критерию, так как они обычно демонстрируют незначительную взаимную растворимость или ее отсутствие. Однако в случае Mo/NbN фазовая диаграмма показывает, что может образоваться тройное соединение MoNbN [178]. Требованием для стабильности элементарного металла с нитридом является существенная разница в теплоте образования нитрида. Отметим, что аналогичные различия существуют в теплоте образования карбида для

некоторых комбинаций, следовательно, НМС металла и карбида также будут стабильными.

НМС систем металл/нитрид хорошо подходят для фундаментальных исследований свойств НМС, учитывая их идеализированную слоистую структуру с резкими границами раздела. Эпитаксиальные структуры полезны для устранения вариаций в структуре поликристаллического зерна, которые могут влиять на высокотемпературную стабильность и механические свойства. Результаты показывают, что нанослойная структура и твердость стабильны при высокотемпературном отжиге даже для слоев нанометровой толщины, благодаря несмешиваемости и низкоэнергетическим когерентным интерфейсам, образующимся между некоторыми бcc-металлами и нитридами с В1-структурой. Результаты нанотвердости показывают значительное повышение твердости, а изображения, полученные с помощью электронного микроскопа, свидетельствуют о том, что металлические слои деформируются за счет распространения дислокационных петель, а нитриды демонстрируют механизм двойникования.

Одной из популярных металл/нитридных НМС является AlN/TiN [174, 161], CrN/AlTiN [184], AlN/SiN [185], (Ti, Al)N/Ti₂AlN_x[186].

Milosavljevic M. с соавторами в своей работе [174] исследовали структурные изменения в НМС AlN/TiN при облучении ионами Ar⁺. Общая толщина НМС составляла 270 нм. Аргон имплантировался при 200 кэВ, до следующих доз $5 \cdot 10^{15} - 4 \cdot 10^{16}$ ион/см². Осажденные многослойные материалы имели очень тонкую столбчато-нанокристаллическую структуру, ширина отдельных зерен составляла до ~10 нм. После облучения была продемонстрирована высокая стабильность НМС AlN/TiN при ионном облучении. Это объясняется как несмешиваемостью AlN и TiN, так и радиационной стабильностью нанокристаллических нитридов металлов. Ионное облучение вызвало небольшие локальные изменения плотности, незначительное увеличение отдельных зерен и некоторую миграцию Ti в AlN, так как слои AlN были недоукомплектованы. Однако слои AlN и TiN

оставались хорошо разделенными, с четкими границами раздела. Ионное облучение также улучшило механическую прочность многослойной структуры. Результаты этих исследований показывают, что наноразмерные несмешивающиеся металло-нитридные многослойные структуры должны привлечь дальнейшее внимание как радиационно устойчивые материалы, а ионное облучение может быть применено для улучшения их механических свойств.

В работе [185] представлены результаты исследования микроструктуры и фазового состава многослойных пленок AlN/SiN_x после облучения ионами гелия и аргона. Многослойные пленки с чередующимися нанокристаллической (nc-AlN) и аморфной ($\alpha\text{-SiN}_x$) фазами толщиной от 2 до 10 нм были получены методом реактивного магнетронного распыления. Результаты рентгеновской дифракции показали зависимость параметров кристаллической решетки фазы nc-AlN от толщины, что объясняется влиянием размера. После облучения ионами гелия (30 кэВ) и аргона (180 кэВ) в пленках образуются радиационно-индуцированные точечные дефекты, а также их кластеры, локализованные в основном в аморфных слоях $\alpha\text{-SiN}_x$. Это является следствием усиленной миграции имплантированных ионов к слоям $\alpha\text{-SiN}_x$ и образования пузырьков, как показала просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения. Средний размер пузырьков составляет 2,0–2,4 нм и увеличивается до 4–5 нм после вакуумного (800 °С) отжига после облучения. Предполагается, что аморфные слои $\alpha\text{-SiN}_x$ служат поглотителями радиационно-индуцированных дефектов.

Bugnet M. с соавторами исследовал влияние облучения ионами Ar^{2+} с энергией 100 кэВ на структуру и стабильность многослойных тонких пленок $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}/\text{Ti}_2\text{AlN}_x$ [186]. В результате исследования было показано, что многослойная структура сохраняется, также, как и кристаллические структуры обоих компонентов. Это свидетельствует о высокой устойчивости многослойной МАХ фазы Ti_2AlN_x к повреждениям, вызванным упругим взаимодействием ядер. Предполагается, что восстановление повреждений

может происходить из собственных вакансий азота и из интерфейсов, которые действуют как поглотители для точечных дефектов, таких как пары Френкеля, созданных во время облучения.

Металл/оксидные системы также, как и металл/нитридные представляют огромный интерес как радиационно-стойкие системы. Примером таких систем являются Fe/ α -Y₂O₃ [187], SiOC/Fe [188], ZrO₂/Fe [189], W/ZrO₂ [190], Fe/MgO [191], Nb/MgO [192].

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 ± 10 , 50 ± 5 нм, 25 ± 2 нм, 10 ± 1 нм, а также монослойные Zr и Nb покрытия. Многослойная структура была получена путем поочередного открытия и закрытия затворов у каждой из мишени 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 1750 кэВ для всех образцов, ионный ток составил 2 и 4 мкА, время облучения варьировалось от 15 до 120 минут. При данном времени облучения полученная доза составляла: $3,4 \cdot 10^{15}$ ион/см² – 15 минут, $8,6 \cdot 10^{15}$ ион/см² – 30 минут, $3,4 \cdot 10^{16}$ ион/см² – 120 минут. Энергия 1750 кэВ была выбрана в виду некоторых машинных особенностей ускорителя. Перед помещением в камеру ускорителя, для торможения протонов (снижения энергии), образцы были обернуты в алюминиевую фольгу толщиной 33 мкм. Протонное облучение выбрано не случайно, так как дефектообразование при протонном облучении схоже с дефектообразованием при облучении быстрых нейтронов.

Детальное исследование тонкой структуры образцов проводилось методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100F (JEOL, Akishima, Япония). Подготовка образцов для ПЭМ проводилась методом ионного утонения с помощью Ion Slicer EM-09100IS (JEOL, Akishima, Япония). Во время подготовки образцов в качестве рабочего газа использовался аргон, ускоряющее напряжение составляло 8 кВ, угол травления $1,5-4^\circ$, процесс контролировали с использованием камеры CCD.

2.2 Принцип обнаружения дефектов позитронами

Обнаружение дефектов с помощью позитронов основано на том, что позитроны могут быть захвачены дефектами решетки [193]. Это происходит потому, что позитрон сильно отталкивается от ионных ядер в решетке в результате их положительного заряда; таким образом, отсутствие положительного заряда в вакансии обеспечивает притягивающий потенциал, который захватывает позитроны в этом месте. Типичное место ловушки связывает позитрон с энергией порядка 1 эВ, что достаточно велико для того, чтобы позитрон оставался в ловушке до тех пор, пока он не аннигилирует [194]. Три спектроскопии аннигиляции позитронов, а именно спектрометрия времени жизни позитронов (СВЖП), Доплеровское уширение аннигиляционной линии (ДУАЛ) и угловое распределение аннигиляционных фотонов (УРАФ), могут быть эффективно использованы для обнаружения дефектов. Однако из-за экспериментальных трудностей с установкой УРАФ обычно используются СВЖП и ДУАЛ, каждый из которых может предоставить информацию о содержании дефекта и имеет свои уникальные возможности. Их совместное использование оказалось весьма полезным [195]. Более подробно, когда позитрон попадает в среду, он термализуется, то есть теряет свою кинетическую энергию в течение нескольких пикосекунд, после чего существует в периодическом блоховском состоянии [196]. Из-за отталкивающей силы, оказываемой положительными ядрами, позитрон занимает промежуточные области в решетке, что является причиной его большой диффузионной длины (более 100 нм). Как упоминалось выше, дефекты решетки, такие как вакансии и дефекты открытого объема, обеспечивают минимальный потенциал для позитронов, где они могут быть захвачены, сформировать связанное состояние и стать высоко локализованными в вакансии [196] до тех пор, пока они не аннигилируют. Из-за сильной локализации волновой функции позитрона внутри ловушки он больше перекрывается с валентными электронами и меньше с электронами ядра, что

приводит к меньшему доплеровскому уширению в испускаемых фотонах аннигиляции и более узкому пику 511 кэВ [197]. Позитрон, аннигилирующий в вакансии или открытом объемном дефекте, сталкивается с электронной плотностью ниже, чем средняя электронная плотность остальной части материала, что приводит к увеличению времени жизни позитрона по сравнению с позитронами, аннигилирующими в решетке без дефектов.

2.3 Доплеровское уширение аннигиляционной линии позитронов

В ДУАЛ используется детектор с высоким энергетическим разрешением, обычно детектор из высокочистого Ge (HpGe), для измерения энергии аннигиляционных фотонов и регистрации спектра пика 511 кэВ [198]. Параметры формы линии S (обозначает форму пика) и W (обозначает крыло пика), известные как параметры дефекта, часто используются для характеристики пика; их определение приведено на рисунке 2.1, S параметр отражает долю аннигиляции позитронов с валентными электронами с малым импульсом, а W – долю аннигиляции позитронов с электронами ядра. Поскольку захват позитронов на дефектах приводит к высокой вероятности аннигиляции с валентными электронами, увеличение S параметра является однозначным признаком увеличения содержания дефектов в решетке [199]. Хотя ДУАЛ не дает прямой информации о размере дефектов, качественная информация об изменении структуры дефектов может быть предсказана из графика S – W [200, 201]. Сравнение абсолютных значений S и W , измеренных с помощью различных спектрометров, не рекомендуется из-за их зависимости от энергетического разрешения спектрометра и положения диапазона, выбранных при их определении (рисунок 2.1). На рисунке 2.1 «Range of parameter S » – Диапазон S параметра, «Range of parameter W » – Диапазон W параметра, «Counts» – События, «Energy (keV)» – Энергия (кэВ).

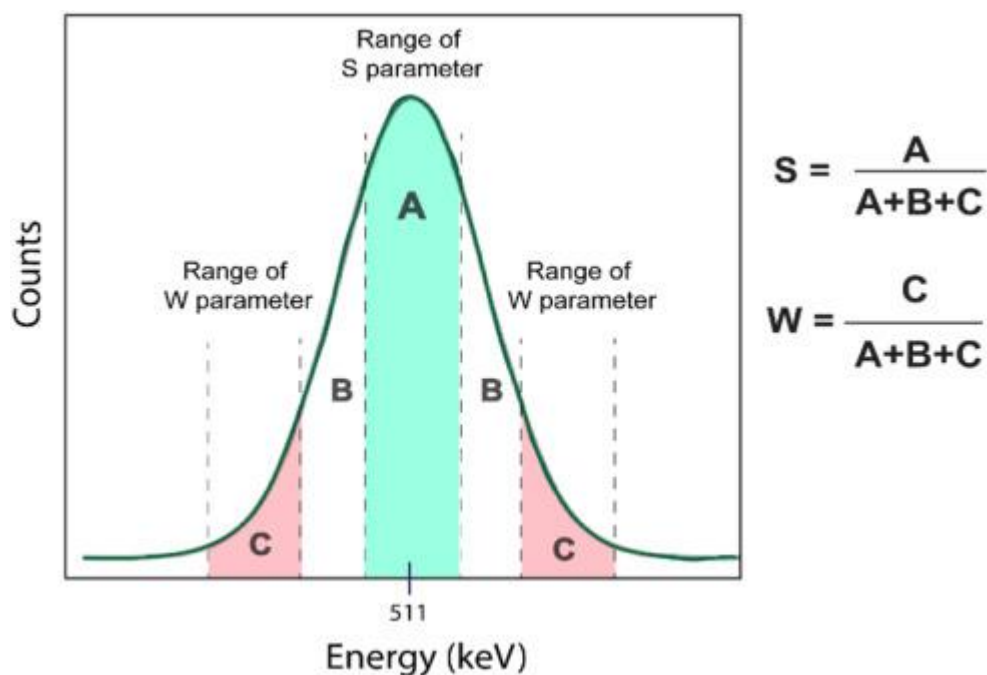


Рисунок 2.1 – Определение параметров S и W, извлеченных из аннигиляционного пика 511 кэВ. Типичное значение для диапазонов: от 510,2 до 511,8 кэВ для A, от 507,8 до 509,3 кэВ и от 512,7 до 514,8 кэВ для C [202]

2.4 Пучковая позитронная аннигиляционная спектроскопия с переменной энергией

Позитроны обычно образуются при радиоактивном распаде или при образовании пар из высокоэнергетических γ -квантов.

β^+ радиоизотопы наиболее часто используются для генерации позитронов для исследований позитронно-аннигиляционной спектроскопии (ПАС). Позитроны испускаются процессом распада:



где p^+ и n^0 обозначает протон и нейтрон, соответственно, ν_e – электронное нейтрино; e^+ – позитрон.

Среди β^+ радиоизотопов ^{22}Na (время полураспада 2,6 года) наиболее часто используется для исследований ПАС. Он распадается на ^{22}Ne , а дочернее ядро дезактивируется эмиссией γ -кванта с энергией 1274 кэВ, так называемым

стартовым сигналом. Поскольку время жизни возбужденного состояния ^{22}Ne составляет несколько пс, только γ -квант испускается практически одновременно с позитроном и обеспечивает, таким образом, важную информацию, в какое время родился позитрон.

Обычные источники β^+ радиоизотопного позитрона получают путем герметизации небольшой радиоактивного источника ^{22}Na (примерно ~ 1 МБк) между двумя тонкими металлическими или полимерными фольгами [203]. 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 [204–207].

Позитроны также могут быть получены в результате ядерных реакций [208]. Во всех случаях позитроны генерируются с широким энергетическим спектром и, таким образом, актуальны только для объемных ПАС исследований. Для глубинных ПАС или исследований поверхностей, тонких пленок, интерфейсов и дефектов, индуцированных ионным облучением, требуются моноэнергетические пучки медленных позитронов с переменной энергией [209, 210]. Благодаря разработке метода модерации [211], медленные позитронные пучки и позитронные пучки с переменной энергией были реализованы с 1980-х годов [211]. Подробности о технике модерации и компонентах позитронного пучка можно найти в других источниках [211–221]. Низкоэнергетический позитронный пучок с переменной энергией (0 – 40 кэВ) может обеспечить зондирование глубины дефектов от поверхности до приблизительно 1 – 2 мкм твердого тела. Интерпретация ПАС анализа по глубине требует понимания профиля имплантации позитронов [222]. Маховианский профиль имплантации [223, 224] служит отличным

приближением для определения глубины имплантации позитронов (рисунок 2.2):

$$P(z) = \frac{m * z^{m-1}}{z_0^m} * \exp\left(-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m\right), \quad (2.2)$$

где z – глубина проникновения позитрона от поверхности; m и z_0 – параметры, которые определены экспериментально для каждого материала [225].

Хорошо известно, что только z_0 зависит от энергии имплантата позитрона E (в кэВ) следующим образом:

$$z_0 = \frac{A}{\rho * \Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right)} * E^n, \quad (2.3)$$

где ρ – плотность исследуемого материала; A и n – постоянные; Γ – гама функция. Параметр z_0 является функцией плотности материала. На рисунке 2.2 «Positron Stopping Profiler (normalized)» – Профили остановки позитрона (нормированный), «Depth (nm)» – Глубина (нм), «5 keV» – 5 кэВ, «15 keV» – 15 кэВ, «25 keV» – 25 кэВ, «35 keV» – 35 кэВ.

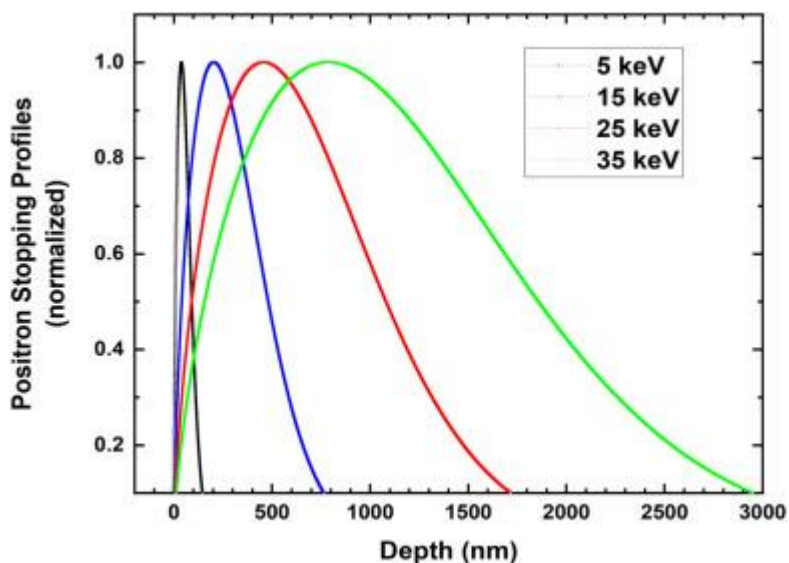


Рисунок 2.2 – Маховианские профили распределения позитронов в Fe при различных энергиях имплантации [202]

За последние четыре десятилетия в мире было разработано несколько позитронных пучков, обеспечивающих превосходный зонд для изучения поверхности и исследования ионно-индуцированных дефектов на атомном уровне. До недавнего времени почти все разработанные пучки медленных

позитронов с перестраиваемой энергией были пучками постоянного тока, которые позволяли проводить только для Доплеровского уширения аннигиляционной линии с переменной энергией (ДУАЛПЭ) и не могли быть использованы для спектроскопии времени жизни. Обнаружение аннигиляционных фотонов и обработка сигнала для ДУАЛПЭ аналогичны с объемной ДУАЛ. Разница между объемным ДБС и ДУАЛПЭ заключается в том, что в первом случае регистрируется один пик 511 кэВ и извлекаются один S-параметр и один W-параметр для образца, представляющие объемные свойства, в то время как в ДУАЛПЭ пик 511 кэВ регистрируется при каждой энергии позитронного пучка (E) и строятся кривые S и W от E [226–228]. Таким образом, ДУАЛПЭ позволяет исследовать дефекты с разрешением по глубине и рассчитать длину диффузии позитронов. Как отмечалось выше, СВЖП возможен в объемных измерениях благодаря квантам 1,27 МэВ, испускаемым с каждым позитроном из источника ^{22}Na , этот сигнал недоступен для замедленных позитронов. Вместо этого для проведения СВЖП анализа в материалах, облученных ионами, или для измерений глубины тонких пленок следует использовать время-разрешенные (то есть импульсные) пучки позитронов. Было разработано несколько подходов для обеспечения такого пучка. Однако временное разрешение составляло более 500 пс, в то время как измерения времени жизни позитронов в металлах требуют временного разрешения 200–300 пс. Только в последние несколько лет некоторые установки успешно разработали импульсный пучок с шириной импульса приблизительно 200 пс [229, 230] и недавно было проведено несколько измерений СВЖП для исследования дефектов в материалах, облученных Хе и ионами [231–233].

Установка на позитронных пучках с переменной энергией описанная ниже находится в ОИЯИ ЛЯП г. Дубна. На рисунке 2.3 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 2.3 – 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}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}Na , имеют широкий энергетический спектр с максимумом при энергии около 200 кэВ (рисунок 2.4).

Для формирования из этого спектра монохроматического пучка позитронов низкой энергии используется замедлитель, который характеризуется эффективностью замедления ε и шириной спектра медленных позитронов.

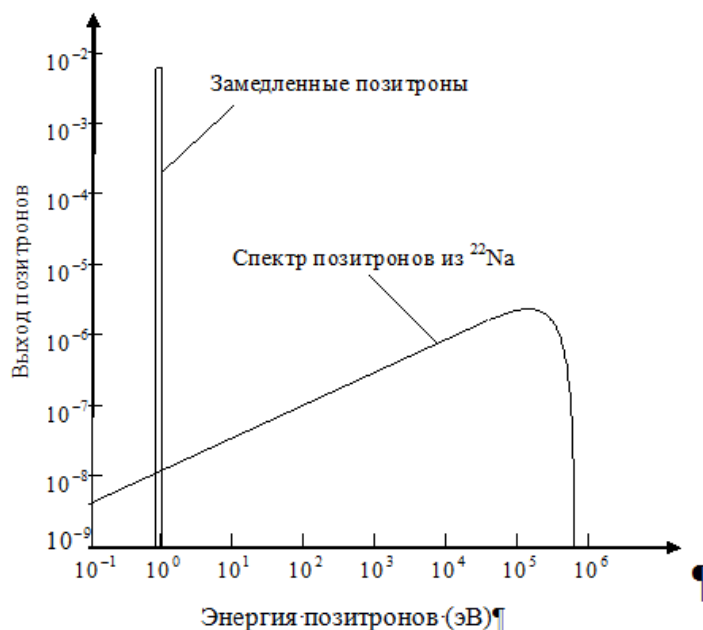


Рисунок 2.4 – Спектр позитронов, эмитируемых ^{22}Na до и после намораживания неона на выходной фольге эмиттера

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}Na (рисунок 2.4). В результате замедления в твердом неоне из широкого спектра позитронов, эмитируемых ^{22}Na , формируется непрерывный спектр медленных монохроматических позитронов (рисунок 2.4).

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 2.5 – Блок эмиттера позитронов

Процесс наморозки 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}Na активностью 25–50 мКи.

Ускорение частиц осуществляется статическим электрическим полем в зазоре проходного изолятора (рисунок 2.6, 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.

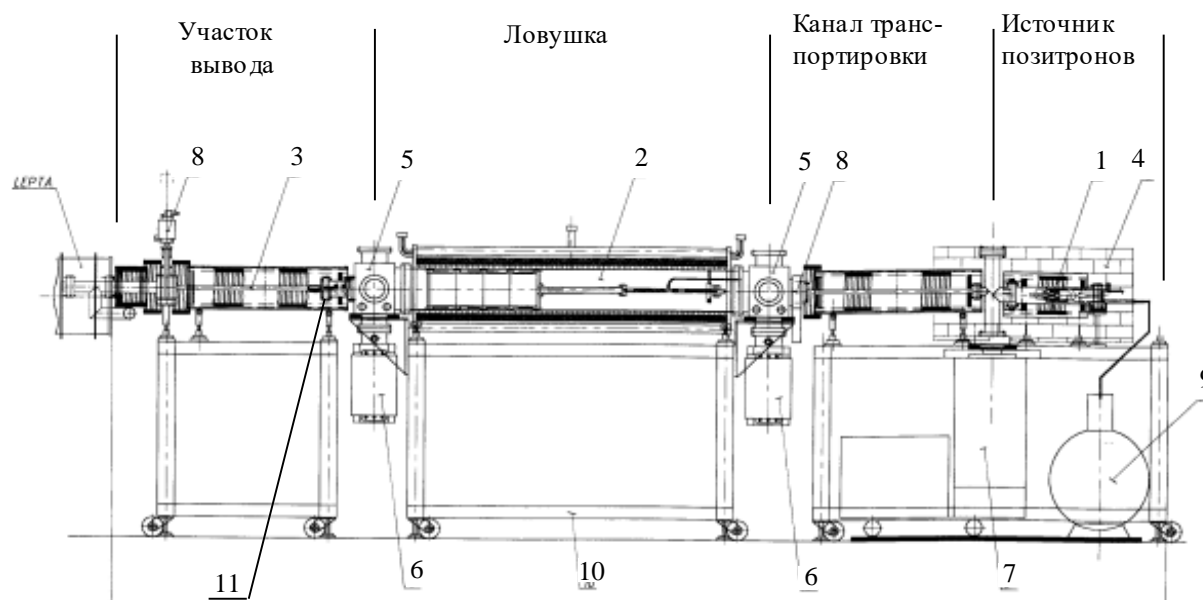


Рисунок 2.6 – Импульсный инжектор позитронов: 1 – источник позитронов, 2 – позитронная ловушка, 3 – участок инжекции позитронов в накопитель, 4 – радиационная защита, 5 – вакуумный пост, 6 – магниторазрядный насос, 7 – турбомолекулярный насос, 8 – шибер, 9 – сосуд Дьюара, 10 – опора, 11 – проходной изолятор

Для ПАС не нужно наличие позитронной ловушки, данный участок установки является общим участком для двух установок LEPТА и ПАС (рисунок 2.3).

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 2.7).

Он состоит из высоковольтного источника, HpGe детектора, предусилителя, многоканального анализатора и компьютера. Для регистрации гамма кванта, рождающегося при аннигиляции позитрона, используется HpGe детектор фирмы Baltic Scientific Instruments. Детектор имеет следующие параметры: относительная эффективность регистрации 1.33 МэВ γ -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 2.7 «HV power» – Источник питания ВН, « HpGe detector» – Ge детектор высокой частоты, «preamplifier» – предусилитель, «amplifier» – усилитель, «MC analyzer» – многоканальный анализатор.

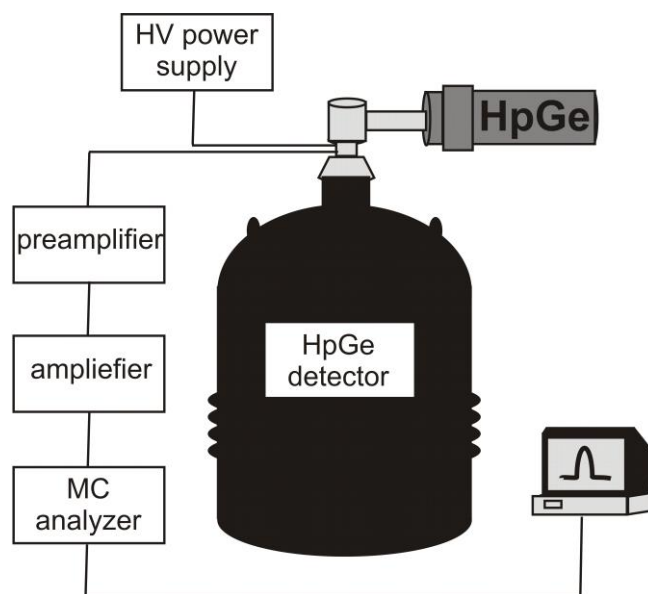


Рисунок 2.7 – Схема спектрометра ДУАЛ

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 γ -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.

Полученные спектры ДУАЛ анализировались путем определения S и W параметров с помощью программного обеспечения SP-11.

2.5 Оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда

В оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда (ОЭС-ТР) распыление и возбуждение являются двухэтапным процессом [101–104, 235, 236]. 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 иницируют путем приложения высокого потенциала между анодной трубкой и образцом. Это приводит к электрическому пробое разряда газа и электронов и положительно заряженных ионов аргона (рисунок 2.8).

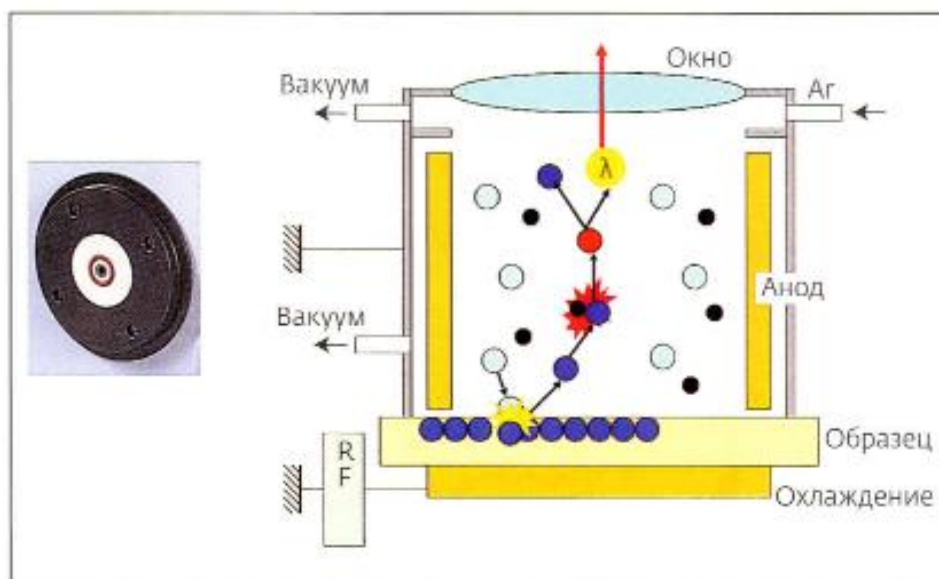


Рисунок 2.8 – Устройство лампы тлеющего разряда [96]

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

Тема магистерской диссертации: Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb.

Цель данного раздела магистерской диссертации заключается в экономическом планировании и оценке ресурсоэффективности разработки новой методики химического анализа и распределения слоев в тонких пленках и покрытиях.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- проанализировать коммерческий потенциал и перспективность разработки новой методики анализа;
- провести SWOT-анализ для выявления сильных и слабых сторон проекта;
- создать диаграмму Гантта;
- произвести планирование научно-исследовательских работ;
- определить бюджет научного проекта;
- определить ресурсоэффективность проекта.

На данный момент этот раздел считается один из значимых в современном проектировании каких-либо отраслях, т.к. оборудование рассматривается не только исходя из их рабочих характеристик, но и по экономической оценки, выбирается наиболее выгодный вариант.

4.1 Потенциальные потребители исследования

Для анализа, заинтересованной в результатах исследования, аудитории необходимо провести сегментирование рынка и тщательно проанализировать его целевой сегмент.

Целевой рынок – части (сегменты) рынка, на котором планируется продвигаться, в будущем, товар. В нашем случае - разработка. Сегмент рынка, в свою очередь, – это группы потенциально заинтересованных, в результатах исследования, лиц или организаций, обладающих набором общих признаков.

К потенциальным потребителям результатов исследования можно отнести как потребителей российского, так и международного рынков. На российском рынке потенциальным потребителем изготавливаемой продукции могут выступать университеты, научные центры и производства (например, ВСМПО-АВИСМА, ВНИИНМ им. Бочвара). Международный рынок в качестве потенциального потребителя может представить компанию LECO, Horiba. Также это могут быть международные лаборатории, занимающиеся вопросами защитных покрытий и позитронной спектроскопии.

4.2 Анализ конкурентных технических решений

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 HoribaJobinYvon.

Для проведения вышеописанного анализа, используем оценочную карту, приведенную в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкуренто-способность	
		Бф	Бк1	Ккф	Кк1
1	2	3	4	6	7
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
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
Экономические критерии оценки эффективности					
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.

4.3 SWOT-анализ

С целью исследования внешней и внутренней сред разработки применяется анализ комплексный SWOT–анализ научно-исследовательской разработки. Специфика такого анализа характеризуется следующими этапами.

В первую очередь определяются сильные и слабые стороны реализованного, в магистерской диссертации, проекта. На следующем этапе

выявляют возможности проекта, которые включают в себя все предпочтительные ситуации, возникающие в окружающей среде проекта. Последним этапом является выявление угроз для проекта, которые включают в себя все неблагоприятные для проекта ситуации, тенденции или изменения в окружающей среде проекта. В конечном счете, производится анализ интерактивной таблицы в виде записи наиболее коррелирующих слабых и сильных сторон и возможностей.

Итогом данного анализа является матрица SWOT, в которой приведены все составляющие данного проекта (таблица 4.2).

Таблица 4.2– SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательской разработки:	Слабые стороны научно-исследовательской разработки:
	<p>С1. Разработка совершенно новой методики анализа многослойных покрытий с наноразмерными индивидуальными слоями.</p> <p>С3. Наличие необходимого оборудования для проведения эксперимента.</p> <p>С4. Легкий интерфейс управления.</p> <p>С5. Безопасность проведения исследований.</p> <p>С6. Химический анализ многослойных покрытий с любыми толщинами индивидуальных слоев.</p> <p>С7. Получение качественного распределение слоев в многослойных покрытиях.</p> <p>С8. Решение фундаментальных задач исследования.</p>	<p>Сл1. Большое количество образцов для подбора режима анализа многослойных покрытий.</p> <p>Сл2. Предварительная подготовка экспериментальных образцов перед анализом.</p> <p>Сл3. Дорогостоящее обслуживание.</p> <p>Сл4. Длительный срок изготовления материалов для проведения научного исследования.</p>
Возможности:		
В1. Потенциальное использование в других отраслях	Возможность анализа различной сложности многослойных систем способствует дополнительному	Сложности в подборе режимов распыления различных многослойных систем способствует повышению

В2. Исследование распределения слоев в многослойных покрытиях.	спросу на проведение подобных исследований	спроса на конкурентные методики
Угрозы: У1. Несвоевременное финансирование научного исследования при дальнейшем развитии проекта. У2. Развитая конкуренция технологий производства. У3. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции.	Проведение аттестации разработанной методики. Получение патента на полезную модель. Внедрение разработанной методики в научно-исследовательские лаборатории	Привлечение дополнительных инвестиций для развития проекта, путем участия в грантах

Выявлены сильные и слабые стороны научно-исследовательского проекта, а также его возможности и вероятные угрозы при помощи SWOT-анализа: быстрота анализа многослойных покрытий с возможностью исследования химического состава материалов с высокой точностью позволят быстро занять свою нишу на рынке высокоточной электроники и защитных покрытий. Благодаря развитию проекта с разработкой совершенно новой методики анализа многослойных покрытий можно анализировать любые многослойные покрытия, что несомненно увеличит область применения разработки. Несмотря на все сильные стороны проекта всегда есть возможность, что появится более совершенный метод анализа химического состава или усовершенствуют уже имеющиеся методики до конкурирующего уровня. В данном случае может произойти провал проекта из-за длительного производства многослойных систем для разработки индивидуальных методик анализа особо сложных многослойных покрытий. Разработанная методика позволяет анализировать лишь систему многослойных покрытий на базе Zr/Nb, однако она может применяться и для других металлических систем, но в случае систем с диэлектрическими или полупроводниковыми материалами необходима корректировка, что увеличивает время анализа.

4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На любой стадии цикла жизни научной разработки необходимо проводить оценку степени готовности данной разработки к коммерциализации. Результаты данных исследований приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3 – Таблица оценки степени готовности научно-исследовательской разработки к коммерциализации.

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	2	5
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	2	3
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	2	3
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	1	3
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	2	3
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	3	4
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	1	4
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	3
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	2	3
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	1	3
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	1	4
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	2	5
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	2	5
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	3	5
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	2	5
ИТОГО БАЛЛОВ		28	58

При проведении анализа по таблице, приведенной выше, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При этом система измерения по каждому направлению (степень проработанности научного проекта, уровень имеющихся знаний у разработчика) отличается. Так, при оценке степени проработанности научного проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла – выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаю, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле 4.1:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i, \quad (4.1)$$

где $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению; B_i – балл по i -му показателю.

По результатам анализа можно сделать вывод, что перспективность данного исследования находится ниже среднего уровня, так как данное исследование имеет фундаментальный характер исследования.

4.5 Инициирование проекта

Группа процессов инициирования состоит из действий, совершаемых для создания новой научно-технической разработки, или перехода в новую фазу уже существующей. В рамках процесса инициирования формулируются начальные цели и содержание предстоящего проекта. Так же определяются первоначальные финансовые ресурсы. Определяются, заинтересованные в проекте стороны, внешние и внутренние, которые будут влиять на итоговый

результат научной разработки. В Уставе проекта записывается вся эта информация.

Устав проекта документально закрепляет потребности нового проекта, текущую формулировку потребностей заказчика научно-технической разработки, а также результат (новую услугу или продукт), который в итоге планируется создать.

Результаты данного исследования могут быть интересны не только выпускающему отделению, но и предприятиям, на базе которых имеются исследовательский лаборатории и институтам, занимающимся исследованиями взаимодействия облучения с металлами. В таблице 4.4 представлен список заинтересованных сторон проекта и их ожидания от результата.

Таблица 4.4 – Стороны, заинтересованные в проекте

Стороны, заинтересованные в проекте	Ожидания заинтересованных сторон
Отделение ЭФ ИЯТШ ТПУ	Разработка новой методики анализа тонких пленок
Исследовательские лаборатории и институты	Предложение по внедрению разработанной методики в работу лаборатории

Целью проекта является результат работы, полученный при выполнении ряда задач. В таблице 4.5 приведена информация о целях поставленного проекта и ожидаемых результатах.

Таблица 4.5 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Установление влияния протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb
Ожидаемые результаты проекта:	Отображены основные изменения в микроструктуре и свойствах в наноразмерных металлических слоев Zr/Nb
Критерии приемки результатов проекта:	Критерии:
	1. Оценка дефектной структуры с использованием различных анализов
	2. Карта основных характеристик
Требования к результату	Требования:

проекта:	1. Минимальная погрешность при расчетах
	2. Аттестация полученных критериев

Следующий вопрос, подлежащий рассмотрению, установление лиц, которые входят в группу данного проекта и определить роль каждого, выполняемые им функции. В таблице 4.6 приведена информация о рабочей группе проекта.

Таблица 4.6 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции
1	Ломыгин Антон, отделение Экспериментальной физики ИЯТШ НИ ТПУ, магистрант	Исполнитель проекта	Выполнение всех поставленных задач. Реализация поставленных целей. Подготовка конечного продукта в виде отчета по НИР
2	Лаптев Роман Сергеевич, отделение Экспериментальной физики ИЯТШ НИ ТПУ, старший преподаватель	Руководитель проекта	Постановка цели и задач для выполнения проекта.

Далее были определены ограничения и допущения по данному проекту, которые представлены в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Ограничения и допущения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
2. Источник финансирования	НИ ТПУ
3. Сроки проекта:	09.01.2021 – 31.05.2021
4. Дата утверждения плана управления проектом	09.01.2021
5. Дата завершения проекта	31.05.2021

В результате анализа была определена рабочая группа проекта. Также были описаны цели и результаты, предъявляемые к проекту и круг заинтересованных сторон, были описаны ограничения и допущения проекта.

4.6 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 [242].

Таблица 4.8 – 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)	НР - 90%
	Инженер (И)	И - 10%
Теоретические и экспериментальные исследования	Инженер (И)	НР - 50%
	Науч. руководитель (НР)	И - 50%
Обобщение и оценка результатов	Науч. руководитель (НР)	НР - 30%
	Инженер (И)	И - 70%
Разработка технической документации	Науч. руководитель (НР)	НР - 20%
	Инженер (И)	И - 80%
Изготовление исследуемых образцов	Инженер (И)	НР - 60%
	Науч. руководитель (НР)	И - 40%
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	Инженер (И)	И - 100%

Таким образом, из таблицы 4.8 видно, что основная задача инженера состояла в проведении экспериментов и подготовке отчетной документации, научный руководитель же занимался начальной поставкой задач и целей исследования.

4.7 Продолжительность этапов работ

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день [243]. Для расчета предполагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу (формула 4.2):

$$t_{ож} = \frac{3t_{min} + 2t_{max}}{5}, \quad (4.2)$$

где $t_{ож}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения работы чел.-дн.; t_{min} – минимально возможная трудоемкость выполнения работы чел.-дн.; t_{max} – максимально возможная трудоемкость выполнения работы, чел.-дн.

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для научного руководителя (формула 4.3):

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 5}{5} = 3,2 \text{ чел. -дн.}, \quad (4.3)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для инженера (формула 4.4):

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 90 + 2 \cdot 180}{5} = 126 \text{ чел. -дн.}, \quad (4.4)$$

Рассчитав ожидаемую трудоемкость работ, определим продолжительность каждой работы в рабочих днях $T_{РД}$, учитывая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, по следующему соотношения (формула 4.5):

$$T_{РД} = \frac{t_{ож}}{K_{ВН}} * K_{Д}, \quad (4.5)$$

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 4.6):

$$T_{РД} = \frac{3,2}{1} = 3,2 \text{ раб. дн.}, \quad (4.6)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для инженера (формула 4.7):

$$T_{РД} = \frac{126}{1} = 126 \text{ раб. дн.}, \quad (4.7)$$

Для проведения научного исследования, представленного в магистерской диссертации, выбирают специальную узко направленную научную тему. Для этого строится специальный ленточный график проведения научных работ в форме диаграммы Гантта.

Для построения графика необходимо перевести рабочие дни в календарные дни, для чего воспользуемся следующим соотношением (формула 4.8):

$$T_{КД} = T_{РД} * T_K, \quad (4.8)$$

где $T_{КД}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях; T_K – коэффициент календарности, определяющийся выражением (формула 4.9):

$$T_K = \frac{T_{КАЛ}}{T_{КАЛ} - T_{ВД} - T_{ПД}}, \quad (4.9)$$

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 4.10):

$$T_K = \frac{365}{365 - 52 - 10} = 1,205. \quad (4.10)$$

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 4.9 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ						Длитель. работ в рабочих днях		Длитель. работ в календар. днях $T_{КД}$	
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ож}$, чел-дни		$T_{РД}$			
Исполнители	НР	И	НР	И	НР	И	НР	И	НР	И
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 4.9 был построен календарный план-график (Приложение А).

Таблица 4.10 – Исполнители календарного план-графика

Научный руководитель	
Инженер	

Таким образом, из расчетов временных показателей проведения научного проекта была построена диаграмма Ганта.

4.8 Бюджет научного исследования

4.9 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 4.11 – 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
Итого:				32391

Для выполнения выпускной квалификационной работы использовался спектрометр тлеющего разряда GD-Profiler 2 фирмы HoribaJobinYvon, 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 15 % материальные затраты составляют (формула 4.11):

$$C_{mat} = 32391 * 1,15 = 37250 \text{ руб.} \quad (4.11)$$

Таким образом, была посчитана стоимость материальных затрат с учетом транспортно-заготовительных расходов в 15 % – 37250 рублей.

4.10 Основная заработная плата исполнителей исследования

Для вычисления основной заработной платы необходимо учесть научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских

и опытных производств, участвующих в выполнении выпускной квалификационной работе [243].

Основная заработная плата одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (4.12)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата, руб.; T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн. Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_M \cdot M}{F_d}, \quad (4.13)$$

где Z_M – месячный должностной оклад работника, руб.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года; F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (таблица 4.12).

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней (выходные и праздничные дни)	122	122
Отпуск	48	48
Действительный годовой фонд рабочего времени	247	247

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_M = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр}) \cdot k_p, \quad (4.14)$$

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; $k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{тс}$); k_p – районный коэффициент, равный 1,3. Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Основная заработная плата работников

Исполнители	$Z_{тс}$, руб.	$k_{пр}$	k_p	Z_M , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Научный руководитель	35120	0,3	1,3	59353	2500	34	85000
Инженер	12130	0,3	1,3	20500	863	127	109601
Итого $Z_{осн}$							194601

Таким образом, расчет основной заработной платы производился с учетом премиального и районного коэффициентов, и заработная плата сотрудников составила 194601 рублей.

4.11 Дополнительная заработная плата исполнителей исследования

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10–15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы. Таким образом, сумма основной заработной платы участников проекта и дополнительной будет составлять статью затрат расходов на зарплату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.15)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата, руб., $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата, по следующей формуле:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн}, \quad (4.16)$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,15). Расчет дополнительной заработной платы приведен в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Дополнительная заработная плата исполнителей исследования

Исполнитель	Научный руководитель	Инженер
Основная зарплата, руб.	85000	109601
Дополнительная зарплата, руб.	12750	16440
Суммарная зарплата, руб.	97750	126041
Итого, руб.	223791	

Таким образом, расчет дополнительной заработной платы производился с дополнительным коэффициентом 15%, и итоговая суммарная заработная плата составила 223791 рублей.

4.12 Расчет затрат на социальный налог

Затраты на единый социальный налог (ЕСН), включающий в себя отчисления в пенсионный фонд, на социальное и медицинское страхование, составляет 30,2% от полной заработной платы по проекту (формула 4.13):

$$C_{соц} = 223791 * 0,302 = 67585 \text{ руб.} \quad (4.17)$$

Таким образом, затраты на социальный налог составляют 67585 рублей.

4.13 Расчет накладных расходов

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Накладные расходы составляют 80–100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы работников, непосредственно участвующих в выполнении проекта. Их величина определяется по следующей формуле:

$$Z_{накл} = k_{нр} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (4.18)$$

где $k_{нр}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 80%.

$$Z_{накл} = (223791) \cdot 0,8 = 179033 \text{ руб.} \quad (4.19)$$

Таким образом, сумма накладных расходов составила 179033 рубля, данная сумма включается в себя оплату за публикацию статьи в журнале первого квартиля.

4.14 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 4.20):

$$H_a = \frac{1}{n} * 100 = \frac{1}{10} * 100 = 10\%, \quad (4.20)$$

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 4.21):

$$C_{AM} = \frac{C_{OB} * H_a * t_{pф}}{F_d} = \frac{7000000 * 0,1 * 40}{200} = 140000 \text{ руб.}, \quad (4.21)$$

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 4.22):

$$C_{AM} = \frac{C_{OB} * H_a * t_{pф}}{F_d} = \frac{45000 * 0,4 * 884,8}{2384} = 6681 \text{ руб.} \quad (4.22)$$

Таким образом, общая сумма амортизационных отчислений составляет 146821 рубль.

4.15 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 4.15 расчетов бюджета затрат проекта.

Таблица 4.15 – Расчет бюджета затрат на разработку проекта

Статья затрат	Условные обозначения	Сумма, руб
Материалы и покупные изделия	C_{mat}	37250

Основная заработная плата	$C_{зп}$	194601
Дополнительная заработная плата	$C_{доп}$	29190
Отчисления в социальные фонды	$C_{соц}$	67585
Накладные расходы	$C_{нк}$	179033
Амортизационные отчисления	$C_{ам}$	146821
Итого:	C	654480
НДС	$НДС = C \cdot 20\%$	130896
Цена разработки НИР		785349

Таким образом, общая стоимость разработки НИР составляет 785349 рублей.

4.16 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 4.23:

$$I_{финр}^{испi} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}}, \quad (4.23)$$

где Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по формуле 4.24:

$$I_{pi} = \sum a_i * b_i, \quad (4.24)$$

где a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки; b_i – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки.

В таблице 4.16 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта. Под исполнением 1 представлена методика качественного анализа материалов, заложенная в программе как базовая.

Таблица 4.16 – 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:

$$I_p = 0,25 * 5 + 0,15 * 4 + 0,2 * 4 + 0,2 * 4 + 0,2 * 5 = 4,45. \quad (4.25)$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле 4.26:

$$I_{исп} = \frac{I_{pi}}{I_{финр}}, \quad (4.26)$$

Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле 4.27:

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{дл.}}{I_{исп}}, \quad (4.27)$$

В таблице 4.17 представлена сравнительная эффективность разработки.

Таблица 4.17 – 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 4.17, разработанная методика более эффективна, чем стандартная. Традиционная оценка экономической эффективности полученных результатов невозможны, т.к. они носят чисто научный характер.

Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Определены потенциальные потребители результатов исследования – результаты данной работы будут наиболее привлекательны преимущественно для атомных компаний, но также частные и государственные научно-исследовательские фонды;

2. Выявлены сильные и слабые стороны научно-исследовательского проекта, а также его возможности и вероятные угрозы при помощи SWOT-анализа: быстрота анализа многослойных покрытий с возможностью исследования химического состава материалов с высокой точностью позволят быстро занять свою нишу на рынке высокоточной электроники и защитных покрытий. Благодаря развитию проекта с разработкой совершенно новой методики анализа многослойных покрытий можно анализировать любые многослойные покрытия, что несомненно увеличит область применения разработки. Несмотря на все сильные стороны проекта всегда есть возможность, что появится более совершенный метод анализа химического состава или усовершенствуют уже имеющиеся методики до конкурирующего уровня. В данном случае может произойти провал проекта из-за длительного производства многослойных систем для разработки индивидуальных методик анализа особо сложных многослойных покрытий. Разработанная методика позволяет анализировать лишь систему многослойных покрытий на базе Zr/Nb,

однако она может применяться и для других металлических систем, но в случае систем с диэлектрическими или полупроводниковыми материалами необходима корректировка, что увеличивает время анализа;

3. Определена степень готовности научного проекта к коммерциализации: перспективность данного исследования находится ниже среднего уровня, так как данное исследование имеет фундаментальный характер исследования;

4. В ходе планирования научно-исследовательских работ определены структура и перечень работ, выполняемых рабочей группой. В данном случае рабочая группа состоит из двух человек: руководитель и инженер. Согласно составленному плану работ длительность трудовой занятости сотрудников научно-исследовательского проекта составляет 34 календарных дня для руководителя и для инженера – 127 дней. На основе временных показателей по каждой из произведенных работ был построен календарный план-график, построенный на основе диаграммы Ганта, по которому можно увидеть, что самые продолжительные по времени работы – это теоретические и экспериментальные исследования;

5. Была произведена планировка научно-исследовательских работ с указанием каждого этапа работы и степени нагрузки на каждого участника проекта;

6. Бюджет научно-технического исследования составил 785349руб. Он состоит из материальных затрат (37250 руб.), затрат на оплаты труда (223791 руб.), отчислений во внебюджетные фонды (67585 руб.) и накладных расходов (179033 руб.), амортизационные отчисления (146821 руб.);

7. Также были определены показатели ресурсоэффективности, значения которых свидетельствуют о достаточно высокой эффективности реализации технического проекта, но традиционная оценка экономической эффективности полученных результатов невозможны, т.к. они носят чисто научный характер.

Таким образом, капиталовложения в размере 785349 рублей позволят реализовать разработанный проект по разработке новой методики анализа тонких пленок на спектрометре GD-Profilier 2 для анализа защитных наноразмерных металлических слоев Zr/Nb.

Глава 5. Социальная ответственность

Введение

Для выполнения магистерской диссертации на тему «Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr / Nb» проводилась серия экспериментов с применением различных установок, помогающих решить поставленные задачи, следующего типа: контактный профилометр, спектрометр тлеющего разряда GD – Profiler 2 производства HoribaJobinYvon и другие. Химический анализ и распределение слоев в наноразмерных металлических слоях Zr / Nb, представленной магистерской диссертации, проводилась на спектрометре тлеющего разряда GD – Profiler 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 – Profiler 2, особенно необходимо при осуществлении экспериментальных исследований, входящих в магистерскую диссертацию.

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. 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 [244].

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 [244].

По данной теме рассматриваются специальные законодательные и нормативные документы:

- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых техническим обслуживанием электроустановок, проводящих в них оперативные переключения, организующих и выполняющих строительные, монтажные, наладочные, ремонтные работы, испытания и измерения;

- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых обслуживанием и работой с баллонами, а также регламентирует средства индивидуальной защиты при работе и обслуживании баллонов;

- инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых эксплуатацией ПЭВМ и ВДТ (далее операторов): операторов ПЭВМ и ВДТ, работа которых связана с приемом и вводом информации, наблюдением и корректировкой решаемых задач по готовым программам; программистов, занятых на ПЭВМ и ВДТ разработкой, проверкой, отладкой программ; инженеров и техников ЭВМ и ПЭВМ, выполняющих профилактические и ремонтные работы, устанавливающих причины сбоев, работающих со схемами и другой техдокументацией; пользователей ПЭВМ и ВДТ, совмещающих

работу оператора с основной работой и занятыми работой с ПЭВМ менее половины своего рабочего времени.

5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

Согласно ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения, рабочее место с дисплеем должно обеспечивать оператору возможность удобного выполнения работ в положении сидя и не создавать перегрузки костно-мышечной системы [247].

Основными элементами рабочего места оператора являются: рабочий стол, рабочий стул (кресло), дисплей, клавиатура. Рабочий стул должен быть подъемно-поворотным и регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки от переднего края сиденья. Требования к каждому из этих элементов рабочего места рассмотрено в ГОСТ Р 50923-96 подробно [247]. Дисплей на рабочем месте оператора должен располагаться так, чтобы изображение в любой его части было различимо без необходимости поднять или опустить голову.

Дисплей на рабочем месте должен быть установлен ниже уровня глаз оператора. Угол наблюдения экрана оператором относительно горизонтальной линии взгляда не должен превышать 60° [247].

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

5.2 Производственная безопасность

Перечень опасных и вредных факторов, характерных для проектируемой производственной среды представлены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные Документы
	Разработк а	Изготовле ние	Эксплуата ция	
1.Повышенная или пониженная температура рабочей зоны	-	-	+	СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
2.Превышение уровня шума и вибраций		-	+	СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки и СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий.
3.Статические физические нагрузки	+	+	+	ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования и ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования
4.Недостаточная освещенность рабочей зоны		-	+	СНиП 23-05-95* Естественное и искусственное освещение.
5.Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека, повышенный уровень статического электричества и напряженности магнитного поля	-	-	+	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов, ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты, ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества и ГОСТ 12.1.006-84* ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

Для идентификации потенциальных факторов был использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» [249].

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

5.3.1 Анализ вредных факторов

5.3.1.1 Недостаточная освещенность рабочей зоны

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости. Учитывая особенности процесса работы на спектрометре GD – Profiler 2 (не требуется освещения для проведения работ наивысшей точности) возможно применение схемы общего равномерного освещения. Согласно СНиП 23-05-95* Естественное и искусственное освещение характеристика зрительной работы – высокой точности, разряд зрительной работы III г [250]. Для данной характеристики зрительной работы необходимая освещенность – 400 лк. [250].

Таким образом, была выбрана лампа ЛД, для которой световой поток и мощность составляют 4250 Лм и 80 Вт, соответственно. Тип ламп был выбран ОД размерами 1531×266 мм. Данный тип ламп был выбран согласно необходимому освещению рабочей зоны для работ высокой точности [250].

Размещение светильников в помещении определяется следующими параметрами: $H=3$ – высота помещения; $h_c = 0,2$ – расстояние светильников от перекрытия (свес) (м); $h_n=H-h_c = 2,8$ – высота светильника над полом, высота подвеса (м); $h_{pp} = 0,7$ – высота рабочей поверхности над полом (м).

Расчётная высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле 5.1:

$$h = h_n - h_{rp} = 2,8 - 0,7 = 2,1, \quad (5.1)$$

где L –расстояние между соседними светильниками или рядами (если по длине (А) и ширине (В) помещения расстояния различны, то они обозначаются L_A и L_B). Расстояние определяется по формуле 5.2:

$$L = \lambda * h = 1,4 * 2,1 = 2,94, \quad (5.2)$$

где l –расстояние от крайних светильников или рядов до стены.

Оптимальное расстояние l от крайнего ряда светильников до стены рекомендуется принимать равным $L/3$ (формула 5.3).

$$l = \frac{L}{3} = \frac{2,94}{3} = 0,98. \quad (5.3)$$

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина $\lambda = L/h$, уменьшение которой удорожает устройство и обслуживание освещения, а чрезмерное увеличение ведёт к резкой неравномерности освещённости. Для люминесцентных без защитной решётки типов ОД, ОДО интегральный критерий $\lambda = 1,4$.

Количество рядов светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{ряд}} = \frac{(B - \frac{2}{3}L)}{L} + 1 = \frac{(5,31 \text{ м} - \frac{2}{3} * 2,94 \text{ м})}{2,94 \text{ м}} + 1 = 2,14 \approx 2. \quad (5.4)$$

Количество светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{св}} = \frac{(A - \frac{2}{3}L)}{l_{\text{св}} + 0,5} = \frac{(5,8 \text{ м} - \frac{2}{3} * 2,94 \text{ м})}{1,531 \text{ м} + 0,5} = 1,89 \approx 2. \quad (5.5)$$

Количество люминесцентных ламп определяется по формуле:

$$N = n_{\text{ряд}} * n_{\text{св}} * 2 = 2 * 2 * 2 = 8. \quad (5.6)$$

Так как помещение больше имеет прямоугольную форму, то разумнее добавить в каждый ряд по одному дополнительному светильнику, тем самым уменьшив расстояние между светильниками в ряду до 50 см. Это позволит усилить освещенность помещения для более благоприятной работы на анализаторе. Согласно формуле 5.6 необходимое число светильников равно 4, а количество люминесцентных ламп равно 8.

На рисунке 5.1 изображен план лаборатории и расположения источников света с люминесцентными лампами.

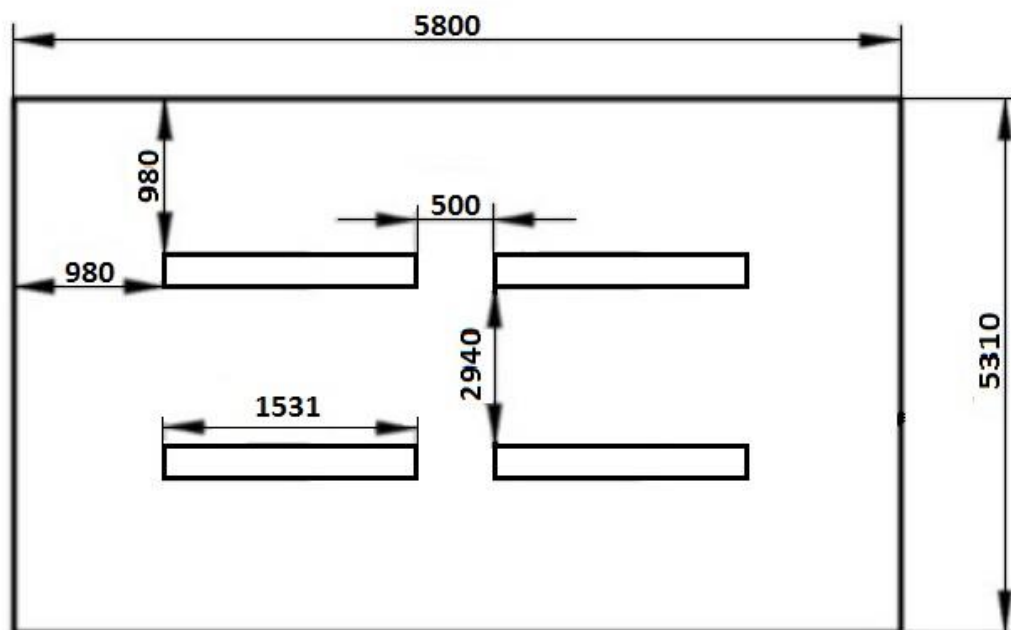


Рисунок 5.1 – План расположения источников света

Расчет общего равномерного уровня искусственного освещения горизонтальной поверхности рабочего места производится способом коэффициента светового потока:

$$\phi_{\Pi} = \frac{E_n S K_3 Z}{N n} = \frac{400 \cdot 30,8 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{8 \cdot 0,56} = 4537 \text{ Лм}, \quad (5.8)$$

где E_n – нормируемая минимальная освещённость по СНиП23-05-95*, $E_n = 400$ Лк, для наименьшего размера объекта различения от 0,3 до 0,5 (Характеристика зрительной работы III г: Высокой точности); S – площадь освещаемого помещения, м^2 ; K_3 – коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника (источника света, светотехнической арматуры, стены прочее, т.е. отражающих поверхностей), наличие в атмосфере цеха дыма, пыли, $K_3 = 1,5$ (Помещения с малым выделением пыли); Z – коэффициент неравномерности освещения, отношение $E_{\text{ср}} / E_{\text{min}}$. Для люминесцентных ламп при расчётах берётся равным 1,1; N – число ламп в помещении, 8; n – коэффициент использования светового потока 0,56.

Коэффициент использования светового потока показывает, какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность. Он зависит от индекса помещения i , типа светильника, высоты светильников над рабочей поверхностью h и коэффициентов отражения стен ρ_c и потолка ρ_n .

Индекс помещения определяется по формуле 5.9:

$$i = \frac{S}{h(A+B)} = \frac{30,8}{2,1 \cdot 11,11} = 1,32. \quad (5.9)$$

Коэффициент отражения стен (свежепобеленное состояние стен с окнами без штор): $\rho_c = 50 \%$;

Коэффициент отражения потолка (свежепобеленное состояние потолка): $\rho_n = 70 \%$;

Делаем проверку выполнения условия:

$$\begin{aligned} -10\% \leq \frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{П}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% \leq 20\%, \\ \frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{П}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% = \frac{4250 - 4537}{4250} \cdot 100\% = -6,7\%. \end{aligned} \quad (5.10)$$

Таким образом: $-10\% \leq 3,2\% \leq 20\%$, необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

Так итогам расчета мощность осветительной системы равна:

$$P = 8 * 80 \text{ Вт} = 640 \text{ Вт}. \quad (5.11)$$

5.3.1.2 Пониженная или повышенная температура воздуха рабочей зоны

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 сердечнососудистой системы [265].

Санитарными нормами, установленными для производственных помещений согласно СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [251] 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 5.2 отражены оптимальные климатические параметры в производственных помещениях для 1а категории согласно СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [251]. К таковым относятся работы, которые выполняются сидя и не требуют высокого физического напряжения с энергозатратами до 139 Вт.

Таблица 5.2 – Оптимальные климатические параметры [251]

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

Для достижения указанных параметров в таблице 5.2 в помещении лаборатории используются следующие средства коллективной защиты (СКЗ): кондиционирования воздуха в теплый период года, отопление помещения в холодный период года [249].

Профилактика перегрева организма работника в нагревающем микроклимате (теплый период года) включает следующие мероприятия [249]:

- нормирование верхней границы внешней термической нагрузки на допустимом уровне применительно к восьмичасовой рабочей смене;
- регламентация продолжительности воздействия нагревающей среды для поддержания среднесменного теплового состояния на оптимальном или допустимом уровне;
- использование специальных средств коллективной и индивидуальной защиты, уменьшающих поступление тепла извне к поверхности тела человека и обеспечивающих допустимый тепловой режим.

Защита от охлаждения (холодный период года) осуществляется посредством [249]:

- использования локальных источников тепла, обеспечивающие сохранение должного уровня общего и локального теплообмена организма;
- регламентации продолжительности непрерывного пребывания на холоде и продолжительности пребывания в помещении с комфортными условиями.

5.3.1.3 Повышенный уровень шума

Основным источником шума на рабочем месте 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. 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 не должны превышать значений, утверждённых СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки [252], согласно виду трудовой деятельности – Высококвалифицированная работа, требующая сосредоточенности, административно-управленческая деятельность, измерительные и аналитические работы в лаборатории уровни звука и эквивалентный уровни звука (дБА) не должны превышать 60 дБА, следовательно, данный вид трудовой деятельности относится к напряженному труду 1 степени, легкая физическая нагрузка [252].

В зависимости от конструктивного исполнения защита слуха от шума производится согласно ГОСТ 12.4.275-2014 (EN 13819-1:2002). Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда.

Средства индивидуальной защиты органа слуха. Общие технические требования. Методы испытаний" [253]. Таким образом в лаборатории применяются: противошумных наушников, закрывающих ушную раковину снаружи; а также в лаборатории применяется СКЗ от шума – глушитель, данные глушители снижают уровень шума.

5.3.1.4 Повышенный уровень вибраций

Основным источником вибраций на рабочем месте являются генератор азота и форвакуумные насосы. Согласно СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий, вибрация, передающаяся на ноги сидящего человека и на предплечья, контактирующие с вибрирующими поверхностями рабочих столов, относится к локальной вибрации [254]. Согласно СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий источником возникновения вибрации является – локальную вибрацию, передающуюся человеку от ручного механизированного инструмента (с двигателями), органов ручного управления машинами и оборудованием [254].

Нормируемым показателем вибрации на рабочем месте являются нормативные эквивалентные скорректированные значения и уровни виброускорения за рабочую смену. Согласно СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах [255] максимально допустимые нормативные эквивалентные скорректированные значения и уровни виброускорения для локальной вибрации составляют $2,0 \text{ м/с}^2$ и 124 дБ [255].

Работа в условиях воздействия локальной вибрации с текущими среднеквадратичными уровнями, превышающими настоящие санитарные нормы более чем на 12 дБ (в 4 раза) по интегральной оценке, не допускается [255].

При значениях выше санитарных норм спектральных показателей вибрационной нагрузки на оператора необходимо предусмотреть СКЗ и индивидуальной защиты (СИЗ).

В лаборатории присутствует СКЗ от вибрации – виброзащитные подставки. Согласно ГОСТ 12.4.002-97 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты рук от вибрации. Технические требования и методы испытаний [256] – защитой рук от вибрации являются – полуперчатки, перчатки [256].

5.3.1.5 Статические физические нагрузки

Статическая физическая нагрузка при работе со спектрометром связана с затратой человеком усилий без перемещения тела или отдельных его частей. Статическая нагрузка характеризуется величиной удерживаемого груза, так как основным грузом для человека оператора спектрометра GD – Profiler 2 являются исследовательские образцы, то чаще всего масса образцов довольно мала, так как образцы чаще всего имеют малый размер. Поэтому работу со спектрометром можно отнести к оптимальному классу условий труда, так как физическая нагрузка легкая[257]. Также можно отметить, что оценивая условия труда за спектрометром по тяжести трудового процесса, то работу за спектрометром можно отнести к оптимальным условиям, то есть допускается до 50 наклонов за смену (время работы за спектрометром), стереотипные рабочие движения кистей и пальцев рук до 20000 и перемещение в пространстве до 4 км[257].

К СИЗ от статических нагрузок можно отнести правильное расположения человека при работе сидя, эргономическое кресло и так далее [245, 246].

5.3.2 Анализ опасных факторов

5.3.2.1 Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека

Источником опасного фактора может являться неисправность проводки установки или персонального компьютера, которая может стать причиной поражения электрическим током. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [258], напряжение прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном режиме электроустановки не должны превышать 2 В и 0,3 А при переменном токе 50 Гц. Спектрометр GD-Profiler 2 работает при переменном токе частотой 50 Гц и напряжении 400 В. Таким образом, согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [258], предельно допустимая продолжительность воздействия напряжения 400 В при частоте переменного тока 50 Гц составляет 0,2 с.

Персональный компьютер работает при переменном токе частотой 50 Гц и напряжении 220 В. Таким образом согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [258], предельно допустимая продолжительность воздействия напряжения 220 В при частоте переменного тока 50 Гц составляет от 0,01 до 0,08 с.

Для обеспечения защиты от прямого прикосновения в лаборатории применяются следующие технические способы и средства согласно ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты [259]:

1. основная изоляция;
2. защитные оболочки;
3. безопасное расположение токоведущих частей, размещение их вне зоны досягаемости частями тела, конечностями;

4. защитное отключение;
5. ограничение установившегося тока прикосновения и электрического заряда;

5.3.2.2 Повышенный уровень статического электричества

В лаборатории статическое электричество может возникнуть при работе со спектрометром. Согласно ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества [260] защитой от статического напряжения в лаборатории является:

1. отвод зарядов путем заземления корпусов оборудования и коммуникаций, а также обеспечение постоянного электрического контакта обращающихся веществ и тела, одежды человека с заземлением с целью снятия статического заряда;

2. отвод зарядов путем уменьшения удельных объемных и поверхностных электрических сопротивлений.

5.3.2.3 Повышенная напряженность электрического поля

Источников высокой напряженности электрического поля в лаборатории является спектрометр GD-Profiler 2, так как он имеет радиочастотный генератор высокой частоты от 33 Гц до 13,56 МГц. Согласно ГОСТ 12.1.006-84* ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля [261] предельно допустимым уровнем напряженности электрического поля при частотах от 0,06 до 30 МГц является напряженность от 500 В/м до 300 В/м.

Согласно ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества [260] защитой от повышенной напряженности электрического поля является:

- специальная одежда антиэлектростатическая;

- специальная обувь антиэлектростатическая;
- средства защиты рук антиэлектростатические.

5.4 Экологическая безопасность

Основными загрязняющими экологию факторами в лаборатории является:

1. Выделение парообразных масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов. Необходимо улучшить систему улавливания / фильтрации масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов, так как масло и масляные пары непосредственно влияют на атмосферу. В данный момент стоят фильтры, улавливающие масло и масляные пары, но все же, используемые фильтры не улавливают все вредные вещества. Согласно ГН 2.2.5.3532-18 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны [262] предельно-допустимые концентрации (ПДК) трансформаторного масла равны $5 \text{ мг} / 1 \text{ м}^3$, класс опасности 3. Для защиты атмосферы от паров масла необходимо, чтобы при эксплуатации пластинчато-роторных насосов отвечала всем требованиям ГОСТ Р 53481-2009 Системы смазочные. Требования безопасности[263];

1. Выход из строя ПЭВМ и ЭВМ, данная оргтехника относится к VI классу опасности и подлежит специальной утилизации. Процедура утилизации должна соответствовать ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов [264].

5.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

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

При обнаружении неисправностей работы спектрометра GD – Profiler 2 необходимо выполнить следующие действия:

- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;
- отключить спектрометр GD – Profiler 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 согласно приказу Ростехнадзора от 25.03.2014 N 116 (ред. от 12.12.2017) Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением (Зарегистрировано в Минюсте России 19.05.2014 N 32326) [266] 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 согласно ГОСТ Р 51057-2001 Техника пожарная. Огнетушители переносные. Общие технические требования. Методы испытаний [267].

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.

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

Самым распространенным видом ЧС является пожар. Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, статическое электричество и так далее. 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 5.2 – План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса № 3, аудитория Н_{2,3}

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рисунок 5.2), 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: микроклимат, воздействие шума, вибраций и недостаточная освещенность. К опасному

фактору можно отнести: повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека, повышенный уровень статического электричества и напряженности электрического поля.

К факторам рабочего места, влияющим на окружающую среду является масляные пары и утилизация оргтехники. 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 ± 10 , 50 ± 5 нм, 25 ± 2 нм, 10 ± 1 нм, а также монослойные Zr и Nb покрытия. Полученные НМС облучались протонами с энергией 1750 кэВ в течении разного количества времени от 15 до 120 минут. При данном времени облучения полученная доза составляла: $3,4 \cdot 10^{15}$ ион/см² – 15 минут, $8,6 \cdot 10^{15}$ ион/см² – 30 минут, $3,4 \cdot 10^{16}$ ион/см² – 120 минут. Анализ полученных НМС Zr/Nb проводились с помощью трех индивидуальных методов: распределение слоев и химических элементов до и после облучения анализировалось с помощью ОЭС–ТР и ПЭМ, 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:

- по анализу совокупности влияния параметров распыления на основные характеристики ОЭС–ТР при анализе НМС Zr/Nb с разной толщиной покрытий, установлены оптимальные режимы распыления;
- исследование распределение слоев и химических элементов НМС Zr/Nb с помощью ОЭС–ТР до и после облучения протонами с энергией 1750 кэВ с различной дозой облучения от $3,4 \cdot 10^{15}$ ион/см² до $3,4 \cdot 10^{16}$ ион/см² показало, что в результате облучения структура НМС не изменилась, слои не перемешиваются;
- послойный анализ НМС Zr/Nb после протонного облучения методом ОЭС–ТР показал интенсивное накопление атомов водорода вблизи интерфейсов. Распределение водорода имеет преимущественно бимодальный характер, локальные максимумы концентрации водорода наблюдаются на границах раздела Nb/Zr, в то время как на границе раздела Zr/Nb накопление значительно ниже, при этом локализация водорода вблизи интерфейсов происходит преимущественно в окрестности циркония.

- микроструктура каждого слоя Zr и Nb представлена столбчатыми зернами нанометрового размера, средний размер которых варьируется от 20 до 50 нм. Наличие столбчатой структуры типично для покрытий, выращенных в условиях низкоэнергетической ионной бомбардировки и в условиях ограниченной подвижности атомов. Зерна в слоях растут перпендикулярно подложке. Анализ микрофотографии ПЭМ высокого разрешения показал наличие некогерентной границы раздела между слоями Zr и Nb как до, так и после облучения;

- анализ дефектной структуры методом ДУАЛ показал, что во всем диапазоне энергий имплантированных позитронов наблюдается тенденция к уменьшению значения S-параметра ДУАЛ с увеличением дозы облучения;

- в исследованных НМС Zr/Nb до и после облучения протонами сохраняется один преобладающий центр захвата позитронов – избыточный свободный объем вблизи границы раздела в окрестности циркония.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Diény B. Giant magnetoresistance in spin-valve multilayers //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1994. – Vol. 136. – №. 3. – P. 335–359
2. Lebbad N., Voiron J., Nguyen B., Chainet E. Electrodeposition of metallic multilayers with modulated electric regimes //Thin solid films. – 1996. – Vol. 275. – №. 1-2. – P. 216–219
3. Tsymbal E.Y., Pettifor D.G. Perspectives of giant magnetoresistance //Solid state physics. – 2001. – Vol. 56. – P. 113-237.
4. Shen J., Gai Z., Kirschner J. Growth and magnetism of metallic thin films and multilayers by pulsed-laser deposition //Surface science reports. – 2004. – Vol. 52. – №. 5-6. – P. 163–218.
5. Mastorakos I.N., Bellou A., Bahr D.F., Zbib H.M. Size-dependent strength in nanolaminate metallic systems //Journal of Materials Research. – 2011. – Vol. 26. – №. 10. – Article number 1179. – P. 1–9.
6. Niu J.J., Zhang J.Y., Liu G., Zhang P., Lei S.Y., Zhang G.J., Sun J. Size-dependent deformation mechanisms and strain-rate sensitivity in nanostructured Cu/X (X= Cr, Zr) multilayer films //Acta materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 9. – P. 3677–3689.
7. Schuller I.K. New class of layered materials //Physical review letters. – 1980. – Vol. 44. – №. 24. – P. 1597–1601.
8. Jin B.Y., Ketterson J.B. Artificial metallic superlattices //Advances in Physics. – 1989. – Vol. 38. – №. 3. – P. 189–366.
9. Arzt E. Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review //Acta materialia. – 1998. – Vol. 46. – №. 16. – P. 5611–5626.
10. Mattox D.M. Substrate («Real») surfaces and surface modification //Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing. – 2010. – P. 25–72.

11. Hora J., Hall C., Evans D., Charrault E. Inorganic thin film deposition and application on organic polymer substrates //Advanced Engineering Materials. – 2018. – Vol. 20. – №. 5. – Article number 1700868. – P. 1–18.
12. Lloyd S.J., Castellero A., Giuliani F., Long Y., McLaughlin K.K., Molina-Aldareguia J.M., Stelmashenko N.A., Vandeperre L.J., Clegg W.J. Observations of nanoindentations via cross-sectional transmission electron microscopy: A survey of deformation mechanisms //Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. – 2005. – Vol. 461. – №. 2060. – P. 2521–2543.
13. Makarov D., Melzer M., Karnaushenko D., Schmidt O.G. Shapeable magnetoelectronics //Applied Physics Reviews. – 2016. – Vol. 3. – №. 1. – Article number 011101 – P. 1–25.
14. PalDey S., Deevi S.C. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti, Al) N: a review //Materials Science and Engineering: A. – 2003. – Vol. 342. – №. 1-2. – P. 58–79.
15. Ghanem M., Göken M., Merle B. Plane-strain bulge testing of thin films under compressive residual stresses //Surface and Coatings Technology. – 2017. – Vol. 327. – P. 167–173.
16. Yan W., Page A., Nguyen-Dang T., Qu Y., Sordo F., Wei L., Sorin F. Advanced multimaterial electronic and optoelectronic fibers and textiles //Advanced materials. – 2019. – Vol. 31. – №. 1. – Article number 1802348. – P. 1–28.
17. Kowel S. T., Selfridge R., Eldering C., Matloff N., Stroeve P., Higgins B.G., Srinivasan M.P., Coleman L.B. Future applications of ordered polymeric thin films //Thin Solid Films. – 1987. – Vol. 152. – №. 1-2. – P. 377–403.
18. El-Sayed M.A. Some interesting properties of metals confined in time and nanometer space of different shapes //Accounts of chemical research. – 2001. – Vol. 34. – №. 4. – P. 257–264.
19. Gijs M. A.M., Bauer G.E.W. Perpendicular giant magnetoresistance of magnetic multilayers //Advances in Physics. – 1997. – Vol. 46. – №. 3-4. – P. 285–445.

20. Hoagland R.G., Mitchell T.E., Hirth J.P., Kung H. On the strengthening effects of interfaces in multilayer fee metallic composites //Philosophical magazine A. – 2002. – Vol. 82. – №. 4. – P. 643–664.
21. Subedi S., Beyerlein I.J., LeSar R., Rolletta A.D. Strength of nanoscale metallic multilayers //Scripta Materialia. – 2018. – Vol. 145. – P. 132–136.
22. Weihs T.P. Fabrication and characterization of reactive multilayer films and foils //Metallic films for electronic, optical and magnetic applications. – Woodhead Publishing, 2014. – P. 160–243.
23. Hood R.Q., Falicov L.M., Penn D.R. Effects of interfacial roughness on the magnetoresistance of magnetic metallic multilayers //Physical Review B. – 1994. – Vol. 49. – №. 1. – Article number 368.– P. 1–10.
24. Monclús M. A. Karlik M., Callisti M., Frutos E., LLorca J., Polcar T., Molina-Aldareguía J.M. Microstructure and mechanical properties of physical vapor deposited Cu/W nanoscale multilayers: Influence of layer thickness and temperature //Thin solid films. – 2014. – Vol. 571. – P. 275–282.
25. Piraux L., George J.M., Despres J.F., Leroy C., Ferain E., Legras R. Giant magnetoresistance in magnetic multilayered nanowires //Applied Physics Letters. – 1994. – Vol. 65. – №. 19. – P. 2484–2486.
26. Dieny B, Speriosu V.S., Parkin S.S.P., Gurney B.A., Wilhoit D.R., Mauri D. Giant magnetoresistive in soft ferromagnetic multilayers //Physical Review B. – 1991. – Vol. 43. – №. 1. – Article number 1297. –P. 1–4.
27. Baibich M.M., Broto J.M., Fert A., Nguyen Van Dau F., Petroff F., Etienne P., Creuzet G., Friederich A., Chazelas J. Giant magnetoresistance of (001) Fe/(001) Cr magnetic superlattices //Physical review letters. – 1988. – Vol. 61. – №. 21. – Article number 2472. – P. 1–4.
28. Binasch G., Grünberg P., Saurenbach F., Zinn W. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange //Physical review B. – 1989. – Vol. 39. – №. 7. – Article number 4828. – P. 1–3.

29. Grünberg P., Schreiber R., Pang Y., Brodsky M.B., Sower H. Layered magnetic structures: evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers //Journal of applied physics. – 1987. – Vol. 61. – №. 8. – P. 3750–3752.
30. Misra A., Hirth J.P., Hoagland R.G. Length-scale-dependent deformation mechanisms in incoherent metallic multilayered composites //Acta materialia. – 2005. – Vol. 53. – №. 18. – P. 4817–4824.
31. Zhang J.Y., Lei S., Niu J., Liu Y., Liu G., Zhang X., Sun J. Intrinsic and extrinsic size effects on deformation in nanolayered Cu/Zr micropillars: From bulk-like to small-volume materials behavior //Acta materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 10. – P. 4054–4064.
32. Yan J.W., Zhu X.F., Zhang G.P., Yan C. Evaluation of plastic deformation ability of Cu/Ni/W metallic multilayers //Thin Solid Films. – 2013. – Vol. 527. – P. 227–231.
33. Xu J., Kamiko M., Zhou Y., Lu G., Yamamoto R. Structure transformations and superhardness effects in V/Ti nanostructured multilayers //Applied physics letters. – 2002. – Vol. 81. – №. 7. – P. 1189–1191.
34. Yan J.W., Zhu X.F., Yang B., Zhang G.P. Shear stress-driven refreshing capability of plastic deformation in nanolayered metals //Physical review letters. – 2013. – Vol. 110. – №. 15. – Article number 155502. – P. 1–5.
35. Wang F., Huang P., Xu M., Lu T.J., Xu K.W. Shear banding deformation in Cu/Ta nano-multilayers //Materials Science and Engineering: A. – 2011. – Vol. 528. – №. 24. – P. 7290–7294.
36. Callisti M., Polcar T. Combined size and texture-dependent deformation and strengthening mechanisms in Zr/Nb nano-multilayers //Acta Materialia. – 2017. – Vol. 124. – P. 247–260.
37. Frutos E., Callisti M., Karlik M., Polcara T. Length-scale-dependent mechanical behaviour of Zr/Nb multilayers as a function of individual layer thickness //Materials Science and Engineering: A. – 2015. – Vol. 632. – P. 137-146.
38. Was G.S., Foecke T. Deformation and fracture in microlaminates //Thin Solid Films. – 1996. – Vol. 286. – №. 1-2. – P. 1–31.

39. Jankowski A.F. Measurement of lattice strain in Au–Ni multilayers and correlation with biaxial modulus effects //Journal of applied physics. – 1992. – Vol. 71. – №. 4. – P. 1782–1789.
40. Carpenter J.S., Misra A., Anderson P.M. Achieving maximum hardness in semi-coherent multilayer thin films with unequal layer thickness //Acta materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 6–7. – P. 2625–2636.
41. Fu K., Li C., Yang C., Sheppard L., Wang H., Maandal M., Ye L. Plastic behaviour of high-strength lightweight Al/Ti multilayered films //Journal of Materials Science. – 2017. – Vol. 52. – №. 24. – P. 13956–13965.
42. Economy D. R., Mara N.A., Schoeppner R.L., Schultz B.M., Unocic R.R., Kennedy M.S. Identifying deformation and strain hardening behaviors of nanoscale metallic multilayers through nano-wear testing //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2016. – Vol. 47. – №. 3. – P. 1083–1095.
43. Montcalm C., Bajt S., Mirkarimi P.B., Spiller E.A., Weber F.J., Folta J.A. Multilayer reflective coatings for extreme-ultraviolet lithography //Emerging Lithographic Technologies II. – International Society for Optics and Photonics, 1998. – Vol. 3331. – P. 42–51.
44. Huang Q., Yi Q., Cao Z., Qi R., Loch R.A., Jonnard P., Wu M., Giglia A., Li W., Louis E., Bijkerk F., Zhang Z., Wang Z. High reflectance nanoscale V/Sc multilayer for soft X-ray water window region //Scientific reports. – 2017. – Vol. 7. – №. 1. – P. 1–7.
45. Barysheva M. M., Pestov A.E., Salashchenko N.N., Toropov M.N. Chkhalo N.I. Precision imaging multilayer optics for soft X-rays and extreme ultraviolet bands //Physics-Uspekhi. – 2012. – Vol. 55. – №. 7. – Article number. 681. – P. 1–20.
46. Spiller E. Evaporated multilayer dispersion elements for soft x-rays //AIP Conference Proceedings. – American Institute of Physics, 1981. – Vol. 75. – №. 1. – P. 124–130.
47. Folta J.A., Bajt S., Barbee Jr. T.W., Grabner R.F., Mirkarimi P.B., Nguyen T.D., Schmidt M.A., Spiller E.A., Walton C.C., Wedowski M., Montcalm C.

Advances in multilayer reflective coatings for extreme ultraviolet lithography //Emerging Lithographic Technologies III. – International Society for Optics and Photonics, 1999. – Vol. 3676. – P. 702–709.

48. Hermann C., Kosobukin V.A., Lampel G., Peretti J., Safarov V.I., Bertrand P. Surface-enhanced magneto-optics in metallic multilayer films //Physical Review B. – 2001. – Vol. 64. – №. 23. – Article number 235422. – P. 1–11.

49. Bogachev S.A., Chkhalo N.I., Kuzin S.V., Pariev D.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Shestov S.V., Zuev S.Y. Advanced materials for multilayer mirrors for extreme ultraviolet solar astronomy //Applied optics. – 2016. – Vol. 55. – №. 9. – P. 2126–2135.

50. Kortright J.B. Multilayer reflectors for the extreme ultraviolet spectral region //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 1986. – Vol. 246. – №. 1–3. – P. 344–347.

51. Aurongzeb D., Holtz M. The influence of interface roughness on electrical transport in nanoscale metallic multilayers //Journal of applied physics. – 2005. – Vol. 98. – №. 6. – Article number 063708. – P. 1–6.

52. Bakonyi I., Péter L. Electrodeposited multilayer films with giant magnetoresistance (GMR): Progress and problems //Progress in Materials Science. – 2010. – Vol. 55. – №. 3. – P. 107–245.

53. Rizal C., Moa B., Niraula B.B. Ferromagnetic multilayers: Magnetoresistance, magnetic anisotropy, and beyond //Magnetochemistry. – 2016. – Vol. 2. – №. 2. – Article number 22. – P. 1–32.

54. Diercks D., Svalov A.V., Kaufman M., Vaskovskiy V.O., Kurlyandskaya G.V. Structure and electrical resistivity of sputtered Tb/Ti and Tb/Si magnetic multilayers //IEEE transactions on magnetics. – 2010. – Vol. 46. – №. 6. – P. 1515–1518.

55. Beyerlein I.J. Caro A., Demkowicz M.J., Mara N.A., Misra A., Uberuaga B.P. Radiation damage tolerant nanomaterials //Materials today. – 2013. – Vol. 16. – №. 11. – P. 443–449.

56. Demkowicz M.J., Misra A., Caro A. The role of interface structure in controlling high helium concentrations //Current opinion in solid state and materials science. – 2012. – Vol. 16. – №. 3. – P. 101–108.
57. Han W., Demkowicz M.J., Mara N.A., Fu E., Sinha S., Rollett A.D., Wang Y., Carpenter J.S., Beyerlein I.J., Misra A. Design of radiation tolerant materials via interface engineering //Advanced materials. – 2013. – Vol. 25. – №. 48. – P. 6975–6979.
58. Li N., Demkowicz M.J., Mara N.A. Microstructure evolution and mechanical response of nanolaminate composites irradiated with helium at elevated temperatures //Jom. – 2017. – Vol. 69. – №. 11. – P. 2206–2213.
59. Misra A., Demkowicz M.J., Zhang X., Hoagland R.G. The radiation damage tolerance of ultra-high strength nanolayered composites //JOM. – 2007. – Vol. 59. – №. 9. – P. 62–65.
60. Misra A., Zhang X., Demkowicz M.J., Hoagland R.G., Nastasi M. Design of nano-composites for ultra-high strengths and radiation damage tolerance //MRS Online Proceedings Library. – 2009. – Vol. 1188. – №. 1. – P. 131–138.
61. Zhang X., Hattar K., Chen Y., Shao L., Li J., Sun C., Yu K., Li N., Taheri M.L., Wanga H., Wang J., Nastasi M. Radiation damage in nanostructured materials //Progress in Materials Science. – 2018. – Vol. 96. – P. 217–321.
62. Zhernenkov M., Gill S., Stanic V., DiMasi E., Kisslinger K., Baldwin J.K., Misra A., Demkowicz M.J., Ecker L. Design of radiation resistant metallic multilayers for advanced nuclear systems //Applied Physics Letters. – 2014. – Vol. 104. – №. 24. – Article number 241906. – P. 1–5.
63. Cuenya B.R., Keune W., Peters R., Schuster E., Sahoo B., Hörsten U., Sturhahn W., Zhao J., Toellner T.S., Alp E.E., Bader S.D. High-energy phonon confinement in nanoscale metallic multilayers //Physical Review B. – 2008. – Vol. 77. – №. 16. – Article number 165410. – P. 1–6.
64. Riano J.S., Hodge A.M. Exploring the thermal stability of a bimodal nanoscale multilayered system //Scripta Materialia. – 2019. – Vol. 166. – P. 19–23.

65. Ma Y.J., Wei M.Z., Sun C., Cao Z.H., Meng X.K. Length scale effect on the thermal stability of nanoscale Cu/Ag multilayers //Materials Science and Engineering: A. – 2017. – Vol. 686. – P. 142–149.
66. Misra A., Hoagland R. G. Effects of elevated temperature annealing on the structure and hardness of copper/niobium nanolayered films //Journal of materials research. – 2005. – T. 20. – №. 8. – C. 2046-2054.
67. Wan H., Shen Y., He X., Wang J. Modeling of microstructure evolution in metallic multilayers with immiscible constituents //JOM. – 2013. – Vol. 65. – №. 3. – P. 443–449.
68. Wan H., Shen Y., Wang J., Shen Z., Jin X. A predictive model for microstructure evolution in metallic multilayers with immiscible constituents //Acta materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 19. – P. 6869–6881.
69. Camley R.E., Stamps R.L. Magnetic multilayers: spin configurations, excitations and giant magnetoresistance //Journal of Physics: Condensed Matter. – 1993. – Vol. 5. – №. 23. – Article number 3727. – P. 1–61.
70. Barbee Jr T.W. Multilayers for x-ray optics //Optical engineering. – 1986. – Vol. 25. – №. 8. – Article number 258898. – P. 1–18.
71. Yu-Zhang K., Embury J.D., Han K., Misra A. Transmission electron microscopy investigation of the atomic structure of interfaces in nanoscale Cu–Nb multilayers //Philosophical Magazine. – 2008. – Vol. 88. – №. 17. – P. 2559–2567.
72. Medyanik S.N., Shao S. Strengthening effects of coherent interfaces in nanoscale metallic bilayers //Computational materials science. – 2009. – Vol. 45. – №. 4. – P. 1129–1133.
73. Xiang M., Liao Y., Wang K., Lu G., Chen J. Shock-induced plasticity in semi-coherent {111} Cu-Ni multilayers //International Journal of Plasticity. – 2018. – Vol. 103. – P. 23–38.
74. Wang Y., Zhu X., Liu G., Du J. Strain Rate Sensitivity of Cu/Ni and Cu/Nb Nanoscale Multilayers //Acta Metall Sin. – 2016. – Vol. 53. – №. 2. – P. 183–191.

75. Clemens B.M., Hufnagel T.C. Amorphous alloys formed by solid state reaction //Journal of alloys and compounds. – 1993. – Vol. 194. – №. 2. – P. 221–227.
76. Li N., Mara N.A., Wang J., Dickerson P., Huang J.Y., Misra A. Ex situ and in situ measurements of the shear strength of interfaces in metallic multilayers //Scripta Materialia. – 2012. – Vol. 67. – №. 5. – P. 479–482.
77. Zhang J.Y., Liu G., Lei S.Y., Niu J.J., Sun J. Transition from homogeneous-like to shear-band deformation in nanolayered crystalline Cu/amorphous Cu–Zr micropillars: Intrinsic vs. extrinsic size effect //Acta Materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 20. – P. 7183–7196.
78. Gupta M., Gupta A., Amir S.M., Stahn J., Zegenhagen J. Effect of Ag as a surfactant on the thermal stability in Cu/Co multilayers //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2010. – Vol. 211. – №. 1. – Article number 012020. – P. 1–6.
79. Beyerlein I.J., Mayeur J.R., Zheng S., Mara N.A., Wang J., Misra A. Emergence of stable interfaces under extreme plastic deformation //Proceedings of the national academy of sciences. – 2014. – Vol. 111. – №. 12. – P. 4386–4390.
80. Abdolrahim N., Mastorakos I.N., Zbib H.M. Precipitate strengthening in nanostructured metallic material composites //Philosophical magazine letters. – 2012. – Vol. 92. – №. 11. – P. 597–607.
81. Abdolrahim N., Zbib H.M., Bahr D.F. Multiscale modeling and simulation of deformation in nanoscale metallic multilayer systems //International journal of plasticity. – 2014. – Vol. 52. – P. 33–50.
82. Wang J., Misra A. An overview of interface-dominated deformation mechanisms in metallic multilayers //Current Opinion in Solid State and Materials Science. – 2011. – Vol. 15. – №. 1. – P. 20–28.
83. Ross C. A. Electrodeposited multilayer thin films //Annual Review of Materials Science. – 1994. – Vol. 24. – №. 1. – P. 159–188.
84. Snel J., Monclus M.A., Castillo-Rodriguez M., Mara N., Beyerlein I.J., Llorca J., Molina-Aldareguia J.M. Deformation mechanism map of Cu/Nb nanoscale

metallic multilayers as a function of temperature and layer thickness //JOM. – 2017. – Vol. 69. – №. 11. – P. 2214–2226.

85. Wang J., Zhou Q., Shao S., Misra A. Strength and plasticity of nanolaminated materials //Materials Research Letters. – 2017. – Vol. 5. – №. 1. – P. 1–19.

86. Beyerlein I.J., Wang J. Interface-driven mechanisms in cubic/noncubic nanolaminates at different scales //MRS Bulletin. – 2019. – Vol. 44. – №. 1. – P. 31–39.

87. Was G.S., Andresen P.L. Radiation damage to structural alloys in nuclear power plants: mechanisms and remediation //Structural Alloys for Power Plants. – Woodhead Publishing, 2014. – P. 355–420.

88. Beyerlein I.J., Demkowicz M.J., Misra A., Uberuaga B.P. Defect-interface interactions //Progress in Materials Science. – 2015. – Vol. 74. – P. 125–210.

89. Zbib H.M., Overman C.T., Akasheh F., Bahr D. Analysis of plastic deformation in nanoscale metallic multilayers with coherent and incoherent interfaces //International Journal of Plasticity. – 2011. – Vol. 27. – №. 10. – P. 1618–1639.

90. Zhou Q., Xie J.Y., Wang F., Huang P., Xu K.W., Lu T.J. The mechanical behavior of nanoscale metallic multilayers: A survey //Acta Mechanica Sinica. – 2015. – Vol. 31. – №. 3. – P. 319–337.

91. Mastorakos I.N., Zbib H.M., Bahr D.F. Deformation mechanisms and strength in nanoscale multilayer metallic composites with coherent and incoherent interfaces //Applied Physics Letters. – 2009. – Vol. 94. – №. 17. – Article Number 173114. – P. 1–4.

92. Shao S., Medyanik S.N. Dislocation–interface interaction in nanoscale fcc metallic bilayers //Mechanics Research Communications. – 2010. – Vol. 37. – №. 3. – P. 315–319.

93. P Hautojärvi P., Vehanen A. Introduction to positron annihilation //Positrons in solids. – Springer, Berlin, Heidelberg, 1979. – P. 1–23.

94. Krause-Rehberg R., Leipner H.S. Positron annihilation in semiconductors: defect studies. – Springer Science & Business Media, 1999. – Vol. 127.
95. Puska M.J., Nieminen R.M. Theory of positrons in solids and on solid surfaces //Reviews of modern Physics. – 1994. – Vol. 66. – №. 3. – Article number 841. – P. 1–10.
96. 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.
97. Pisonero J., Fernández B., Pereiro R., Bordel N., Sanz-Medel A. Glow-discharge spectrometry for direct analysis of thin and ultra-thin solid films //TrAC Trends in Analytical Chemistry. – 2006. – Vol. 25. – №. 1. – P. 11–18.
98. Ber B., Bábor P., P.N.Brunkov P.N., Chapon P., Drozdov M.N., Duda R., Kazantsev D., Polkovnikov V.N., Yunin P., Tolstogouzov A. Sputter depth profiling of Mo/B₄C/Si and Mo/Si multilayer nanostructures: A round-robin characterization by different techniques //Thin Solid Films. – 2013. – Vol. 540. – P. 96–105.
99. Heikkilä I., Eggertson C., Randelius M., Caddeo-Johansson S., Chasoglou D. First experiences on characterization of surface oxide films in powder particles by Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GD-OES) //Metal Powder Report. – 2016. – Vol. 71. – №. 4. – P. 261–264.
100. Alberts D. et al. Depth profile characterization of Zn–TiO₂ nanocomposite films by pulsed radiofrequency glow discharge-optical emission spectrometry //Talanta. – 2011. – Т. 84. – №. 2. – С. 572-578.
101. Wilke M., Teichert G., Gemma R., Pundt A., Kirchheim R., Romanus H., Schaaf P. Glow discharge optical emission spectroscopy for accurate and well resolved analysis of coatings and thin films //Thin Solid Films. – 2011. – Vol. 520. – №. 5. – P. 1660–1667.
102. Galindo R.E., Gago R., Albella J.M., Escobar R.G., Gago R., Lousa A. Comparative depth-profiling analysis of nanometer-metal multilayers by ion-probing

techniques //TrAC Trends in Analytical Chemistry. – 2009. – Vol. 28. – №. 4. – P. 494–505.

103. Mercier D., Bouttemy M., Vigneron J., Chapon P., Etcheberry A. GD-OES and XPS coupling: A new way for the chemical profiling of photovoltaic absorbers //Applied Surface Science. – 2015. – Vol. 347. – P. 799–807.

104. Malherbe J., Martinez H., Fernández B., Pécheyran C., Donarda O.F.X. The effect of glow discharge sputtering on the analysis of metal oxide films //Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2009. – Vol. 64. – №. 2. – P. 155–166.

105. Angeli J., Bengtson A., Bogaerts A., Hoffmann V., Hodoroabae V.-D., Steers E. Glow discharge optical emission spectrometry: moving towards reliable thin film analysis—a short review //Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2003. – Vol. 18. – №. 6. – P. 670–679.

106. Misra A., Verdier M., Lu Y.C., Kung H., Mitchell T.E., Nastasi M., Embury J.D. Structure and mechanical properties of Cu-X (X= Nb, Cr, Ni) nanolayered composites //Scripta Materialia. – 1998. – Vol. 39. – №. 4–5. – P. 555–560.

107. Misra A., Hirth J.P., Kung H. Single-dislocation-based strengthening mechanisms in nanoscale metallic multilayers //Philosophical Magazine A. – 2002. – Vol. 82. – №. 16. – P. 2935–2951.

108. Hoagland R.G., Kurtz R.J., Henager Jr C.H. Slip resistance of interfaces and the strength of metallic multilayer composites //Scripta materialia. – 2004. – Vol. 50. – №. 6. – P. 775–779.

109. Hoagland R.G., Mitchell T.E., Hirth J.P., Kung H. On the strengthening effects of interfaces in multilayer fee metallic composites //Philosophical magazine A. – 2002. – Vol. 82. – №. 4. – P. 643–664.

110. Misra A., Demkowicz M.J., Wang J., Hoagland R.G. The multiscale modeling of plastic deformation in metallic nanolayered composites //JOM. – 2008. – Vol. 60. – №. 4. – P. 39–42.

111. Hoagland R.G., Hirth J.P., Misra A. On the role of weak interfaces in blocking slip in nanoscale layered composites //Philosophical Magazine. – 2006. – Vol. 86. – №. 23. – P. 3537–3558.
112. Demkowicz M.J., Wang J., Hoagland R.G. Interfaces between dissimilar crystalline solids //Dislocations in solids. – 2008. – Vol. 14. – P. 141–207.
113. Wang J., Hoagland R.G., Hirth J.P., Misra A. Atomistic simulations of the shear strength and sliding mechanisms of copper–niobium interfaces //Acta materialia. – 2008. – Vol. 56. – №. 13. – P. 3109–3119.
114. Wang J., Hoagland R.G., Hirth J.P., Misra A. Atomistic modeling of the interaction of glide dislocations with «weak» interfaces //Acta materialia. – 2008. – Vol. 56. – №. 19. – P. 5685–5693.
115. Demkowicz M.J., Hoagland R.G. Structure of Kurdjumov–Sachs interfaces in simulations of a copper–niobium bilayer //Journal of Nuclear Materials. – 2008. – Vol. 372. – №. 1. – P. 45–52.
116. Wang J., Hoagland R.G., Misra A. Phase transition and dislocation nucleation in Cu–Nb layered composites during physical vapor deposition //Journal of Materials Research. – 2008. – Vol. 23. – №. 4. – P. 1009–1014.
117. Demkowicz M.J., Hoagland R.G., Hirth J.P. Interface structure and radiation damage resistance in Cu-Nb multilayer nanocomposites //Physical review letters. – 2008. – Vol. 100. – №. 13. – Article number 136102. – P. 1–10.
118. Wang J., Hoagland R.G., Misra A. Mechanics of nanoscale metallic multilayers: From atomic-scale to micro-scale //Scripta materialia. – 2009. – Vol. 60. – №. 12. – P. 1067–1072.
119. Wang Y.C., Misra A., Hoagland R.G. Fatigue properties of nanoscale Cu/Nb multilayers //Scripta materialia. – 2006. – Vol. 54. – №. 9. – P. 1593–1598.
120. Demkowicz M.J., Wang Y.Q., Hoagland R.G., Anderoglu O. 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. – Vol. 261. – №. 1–2. – P. 524–528.

121. Demkowicz M.J., Bhattacharyya D., Usov I., Wang Y.Q., Nastasi M., Misra A. The effect of excess atomic volume on He bubble formation at fcc–bcc interfaces //Applied Physics Letters. – 2010. – Vol. 97. – №. 16. – Article number 161903. – P. 1–11.
122. Li N., Mara N.A., Wang Y.Q., Nastasi M., Misra A. Compressive flow behavior of Cu thin films and Cu/Nb multilayers containing nanometer-scale helium bubbles //Scripta Materialia. – 2011. – Vol. 64. – №. 10. – P. 974–977.
123. Misra A., Hirth J.P., Hoagland R.G. Length-scale-dependent deformation mechanisms in incoherent metallic multilayered composites //Acta materialia. – 2005. – Vol. 53. – №. 18. – P. 4817–4824.
124. Zhang X., Li N., Anderoglu O., Wang H., Swadener J.G., Höchbauer T., A.Misra A., Hoagland R.G. 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. – Vol. 261. – №. 1–2. – P. 1129–1132.
125. Han W.Z., Mara N.A., Wang Y.Q., Misra A., Demkowicz M.J. He implantation of bulk Cu–Nb nanocomposites fabricated by accumulated roll bonding //Journal of nuclear materials. – 2014. – Vol. 452. – №. 1–3. – P. 57–60.
126. 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. – Vol. 32. – P. 1–16.
127. Mao S., Shu S., Zhou J., Averbach R.S., Dillon S.J. Quantitative comparison of sink efficiency of Cu–Nb, Cu–V and Cu–Ni interfaces for point defects //Acta Materialia. – 2015. – Vol. 82. – P. 328–335.
128. Fu E.G., Carter J., Swadener G., Misra A., Shao L., Wang H., Zhang X. Size dependent enhancement of helium ion irradiation tolerance in sputtered Cu/V nanolaminates //Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 385. – №. 3. – P. 629–632.

129. Fu E.G., Li N., Misra A., Hoagland R.G., Wang H., Zhang X. Mechanical properties of sputtered Cu/V and Al/Nb multilayer films //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Vol. 493. – №. 1–2. – P. 283–287.
130. Fu E.G., Misra A., Wang H., Shao L., Zhang X. Interface enabled defects reduction in helium ion irradiated Cu/V nanolayers //Journal of Nuclear Materials. – 2010. – Vol. 407. – №. 3. – P. 178–188.
131. Wei S., Zhao Z., Zheng S., Wei H., Wang J. Fatigue-induced interface damage in Cu/V nanoscale metallic multilayers //Scripta Materialia. – 2021. – Vol. 190. – P. 103–107.
132. Wang P.P., Xu C., Fu E.G., Du J.L., Gao Y., Wang X.J., Qiu Y.H. The study on the electrical resistivity of Cu/V multilayer films subjected to helium (He) ion irradiation //Applied Surface Science. – 2018. – Vol. 440. – P. 396–402.
133. Martin F., Jaouen C., Pacaud J., Abadias G., Djemia Ph., Ganot F. Strain, interdiffusion, and microstructural evolution under ion irradiation in Ni (111)/Mo (110) multilayers: Interdependence with elastic properties //Physical Review B. – 2005. – Vol. 71. – №. 4. – Article number 045422. – P. 1–9.
134. Chen H., Zhan X., Liu X., Hai Y., Xu J., Zhu T., Yin W. The behavior of helium atoms in He⁺ ion implanted W/Ni bilayer nanocomposite //Applied Surface Science. – 2019. – Vol. 486. – P. 274–280.
135. Bagchi S., Lalla N.P., Anwar S. Evidence of Thickness-Dependent Stability of Nanometer Range W/Ni Multilayers against Swift Heavy Ion Irradiation //International Journal of Nanoscience. – 2011. – Vol. 10. – №. 01n02. – P. 99–103.
136. Bagchi S., Lalla N.P. Effects of swift heavy ion irradiation and thermal annealing on nearly immiscible W/Ni multilayer structure //Journal of Applied Physics. – 2007. – Vol. 102. – №. 7. – Article number 074310. – P. 1–12.
137. Li N., Martin M.S., Anderoglu O., Misra A., Shao L., Wang H., Zhang X. He ion irradiation damage in Al/Nb multilayers //Journal of applied physics. – 2009. – Vol. 105. – №. 12. – Article number 123522. – P. 1–10.

138. Li N., Carter J.J., Misra A., Shao L., Wang H., Zhang X. The influence of interfaces on the formation of bubbles in He-ion-irradiated Cu/Mo nanolayers //Philosophical Magazine Letters. – 2011. – Vol. 91. – №. 1. – P. 18–28.

139. Liang X.Q., Zhang J.Y., Wang Y.Q., Wu S.H., Zeng F., Wu K., Liu G., Zhang G.J., Sun J. Tuning the size-dependent He-irradiated tolerance and strengthening behavior of crystalline/amorphous Cu/Ta nanostructured multilayers //Materials Science and Engineering: A. – 2016. – Vol. 672. – P. 153–160.

140. Wei Q.M., Li N., Mara N., Nastasi M., Misra A. Suppression of irradiation hardening in nanoscale V/Ag multilayers //Acta Materialia. – 2011. – Vol. 59. – №. 16. – P. 6331–6340.

141. Wei Q., Misra A. Transmission electron microscopy study of the microstructure and crystallographic orientation relationships in V/Ag multilayers //Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58. – №. 14. – P. 4871–4882.

142. Kong-Fang W., Zhi-Guang W., Chun-Bao L., Hang Z., Cun-Feng Y., Yan-Bin S. Yi-Zhun M. Yin S., Zi-Wei L. Modification of Fe/Cu multilayers under 400 keV Xe²⁰⁺ irradiation //Chinese Physics C (HEP & NP). – 2008. – Vol. 32. – P. 262–264.

143. Chen Y., Liu Y., Sun C., Yu K.Y., Song M., Wang H., Zhang X. Microstructure and strengthening mechanisms in Cu/Fe multilayers //Acta Materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 18. – P. 6312–6321.

144. Chen F., Tang X., Yang Y., Huang H., Chen D. Investigation of structural stability and magnetic properties of Fe/Ni multilayers irradiated by 300 keV Fe¹⁰⁺ //Journal of nuclear materials. – 2014. – Vol. 452. – №. 1–3. – P. 31–36.

145. Bennett R.A., Mulley J.S., Etman H.A., Sparkes A., Eralp T., Held G., Cavill S.A., Dhesi S.S. Chromium nanostructures formed by dewetting of heteroepitaxial films on W (100) //Physical Review B. – 2012. – Vol. 86. – №. 4. – Article number 045454. – P. 1–8.

146. Chen F., Tang X., Huang H., Liu J., Li H., Qiu Y., Chen D. Surface damage and mechanical properties degradation of Cr/W multilayer films irradiated by Xe²⁰⁺ //Applied Surface Science. – 2015. – Vol. 357. – P. 1225–1230.

147. Li N., Fu E.G., Wang H., Carter J.J., Shao L., Maloy S.A., Misra A., Zhang X. He ion irradiation damage in Fe/W nanolayer films //Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 389. – №. 2. – P. 233–238.

148. Yu K.Y., Liu Y., Fu E.G., Wang Y.Q., Myers M.T., Wang H., Shao L., Zhang X. Comparisons of radiation damage in He ion and proton irradiated immiscible Ag/Ni nanolayers //Journal of Nuclear Materials. – 2013. – Vol. 440. – №. 1-3. – P. 310–318.

149. Yu K.Y., Sun C., Chen Y., Liu Y., Wang H., Kirk M.A., Li M., Znamg X. Superior tolerance of Ag/Ni multilayers against Kr ion irradiation: an in situ study //Philosophical Magazine. – 2013. – Vol. 93. – №. 26. – P. 3547–3562.

150. Wang M., Beyerlein I.J., Zhang J., Han W.-Z. Defect-interface interactions in irradiated Cu/Ag nanocomposites //Acta Materialia. – 2018. – Vol. 160. – P. 211–223.

151. Chen S., Liu B., Lin L., Jiao G. Microstructural development and helium bubble formation in Cu/W (Re) nanometer multilayer films irradiated by He⁺ ion //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2015. – Vol. 354. – P. 244–248.

152. Gao Y., Yang T., Xue J., Yan S., Zhou S., Wang Y., Kwok D.T.K., Chu P.K., Zhang Y. Radiation tolerance of Cu/W multilayered nanocomposites //Journal of Nuclear Materials. – 2011. – Vol. 413. – №. 1. – P. 11–15.

153. Romano Brandt L., Salvati E., Wermeile D., Papadaki C., Le Bourhis E., Korsunsky A.M. Stress-Assisted Thermal Diffusion Barrier Breakdown in Ion Beam Deposited Cu/W Nano-Multilayers on Si Substrate Observed by in Situ GISAXS and Transmission EDX //ACS Applied Materials & Interfaces. – 2021. – Vol. 13. – №. 5. – P. 6795–6804.

154. Callisti M., Karlik M., Polcar T. Bubbles formation in helium ion irradiated Cu/W multilayer nanocomposites: Effects on structure and mechanical properties //Journal of nuclear materials. – 2016. – Vol. 473. – P. 18–27.

155. Ren Z.C.H.L.B., Li-Wei D.Y.B.L. Microstructure evolution of W (Mo)/Cu nanometer multilayer films under He⁺ ion irradiation //Acta Physica Sinica. – 2013. – Vol. 2013. – Article number 15. – P. 1–7.

156. Lu Y.Y., Kotoka R., Ligda J.P., Cao B.B., Yarmolenko S.N., Schuster B.E., Wei Q. The microstructure and mechanical behavior of Mg/Ti multilayers as a function of individual layer thickness //Acta Materialia. – 2014. – Vol. 63. – P. 216–231.

157. Ham B., Zhang X. High strength Mg/Nb nanolayer composites //Materials Science and Engineering: A. – 2011. – Vol. 528. – №. 4–5. – P. 2028–2033.

158. Zhang J.Y., Lei S., Liu Y., Niu J.J., Chen Y., Liu G., Zhang X., Sun J. Length scale-dependent deformation behavior of nanolayered Cu/Zr micropillars //Acta Materialia. – 2012. – Vol. 60. – №. 4. – P. 1610–1622.

159. Hues S.M., Bhadra R., Grimsditch M., Fullerton E., Schuller I.K. Effect of high-energy ion irradiation on the elastic moduli of Ag/Co superlattices //Physical Review B. – 1989. – Vol. 39. – №. 17. – Article number 12966. – P. 1–5.

160. Chen Y., Liu Y., Fu E.G., Sun C., Yu K.Y., Song M., Li J., Wang Y.Q., Wang H., Zhang X. Unusual size-dependent strengthening mechanisms in helium ion-irradiated immiscible coherent Cu/Co nanolayers //Acta Materialia. – 2015. – Vol. 84. – P. 393–404.

161. Peruško D., M.J.Webb M.J., Milinović V., Timotijević B., Milosavljević M., Jeynes C., Webb R.P. On the ion irradiation stability of Al/Ti versus AlN/TiN multilayers //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2008. – Vol. 266. – №. 8. – P. 1749–1753.

162. Milosavljević M., Stojanović N., Peruško D., B.Timotijević B., Toprek D., Kovač J., G.Dražič G., Jeynes C. Ion irradiation induced Al–Ti interaction in nano-scaled Al/Ti multilayers //Applied surface science. – 2012. – Vol. 258. – №. 6. – P. 2043–2046.

163. Milosavljević M., Toprek D., Obradović M., Grce A., Peruško D., Dražič G., Kovač J., Homewood K.P. Ion irradiation induced solid-state amorphous

reaction in Ni/Ti multilayers //Applied surface science. – 2013. – Vol. 268. – P. 516–523.

164. Milosavljević M., Milinović V., Peruško D., Grce A., Stojanović M., Pjević D., Mitrić M., Kovač J., Homewood K.P. 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. – Vol. 269. – №. 19. – P. 2090–2097.

165. 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. – Vol. 268. – №. 10. – P. 1601–1606.

166. Monclús M.A., Callisti M., Polcar T., Yang L.W., Llorca J., Molina-Aldareguía J.M. Selective oxidation-induced strengthening of Zr/Nb nanoscale multilayers //Acta Materialia. – 2017. – Vol. 122. – P. 1–10.

167. 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. – Vol. 152. – P. 31–35.

168. Callisti M., Lozano-Perez S., Polcar T. Structural and mechanical properties of γ -irradiated Zr/Nb multilayer nanocomposites //Materials Letters. – 2016. – Vol. 163. – P. 138–141.

169. Sen H.S., Polcar T. Vacancy-interface-helium interaction in Zr-Nb multi-layer system: A first-principles study //Journal of Nuclear Materials. – 2019. – Vol. 518. – P. 11–20.

170. Laptev R., Lomygin A., Krotkevich D., Syrtanov M., Kashkarov E., Bordulev Yu., Seimek K., Kobets A. Effect of proton irradiation on the defect evolution of Zr/Nb nanoscale multilayers //Metals. – 2020. – Vol. 10. – №. 4. – Article number 535. – P. 1–12.

171. Daghbouj N., Callisti M., Sen H.S., Karlik M., Čech J., Vronka M., Havránek V., Čapek J., Minárik P., Báborh P., Polcar T. Interphase boundary layer-

dominated strain mechanisms in Cu⁺ implanted Zr-Nb nanoscale multilayers //Acta Materialia. – 2021. – Vol. 202. – P. 317–330.

172. Laptev R., Svyatkin L., Krotkevich D., Stepanova E., Pushilina N., Lomygin A., Ognev S., Seimek K., Uglov V. First-Principles Calculations and Experimental Study of H⁺-Irradiated Zr/Nb Nanoscale Multilayer System //Metals. – 2021. – Vol. 11. – №. 4. – Article number 627. – P. 1–17.

173. Кузьмичёв А. И. Магнетронные распылительные системы. Книга 1: Введение в физику и технику магнетронного распыления. – 2008.

174. Barnett S.A., Madan A., Kim I., Martin K. Stability of nanometer-thick layers in hard coatings //Mrs Bulletin. – 2003. – Vol. 28. – №. 3. – P. 169–172.

175. Was G.S., Foecke T. Deformation and fracture in microlaminates //Thin Solid Films. – 1996. – Vol. 286. – №. 1–2. – P. 1–31.

176. Chu X., Wong M.S., Sproul W.D., Rohde S.L., Barnett S.A. Deposition and properties of polycrystalline TiN/NbN superlattice coatings //Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 1992. – Vol. 10. – №. 4. – P. 1604–1609.

177. Abadias G., Michel A., Tromas C., Jaouen C., Dub S.N. Stress, interfacial effects and mechanical properties of nanoscale multilayered coatings //Surface and Coatings Technology. – 2007. – Vol. 202. – №. 4–7. – P. 844–853.

178. Madan A., Wang Y., Barnett S.A., Engström C., Ljungcrantz H., Hultman L., Grimsditch M. Enhanced mechanical hardness in epitaxial nonisostructural Mo/NbN and W/NbN superlattices //Journal of applied physics. – 1998. – Vol. 84. – №. 2. – P. 776–785.

179. Madan A., Barnett S.A., Misra A., Kung H., Nastasi M. Structure, stability, and mechanical properties of epitaxial W/NbN superlattices //Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 2001. – Vol. 19. – №. 3. – P. 952–957.

180. Kim I.W., Madan A., Guruz M.W., Dravid V.P., Barnett S.A. Stabilization of zinc-blende cubic AlN in AlN/W superlattices //Journal of Vacuum

Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 2001. – Vol. 19. – №. 5. – P. 2069–2073.

181. Liu C., Tu F. Genetic Random Search and its Application to DEDS Optimization //IFAC Proceedings Volumes. – 1995. – Vol. 28. – №. 16. – P. 323–327.

182. Moustakas T.D., Scanlon J., Koo J.Y., Deckman H.W., Ozekcin A., Friedman R., McHenry J.A. Tungsten carbide-transition metal multilayers //Materials Science and Engineering: B. – 1990. – Vol. 6. – №. 2–3. – P. 179–189.

183. Villars P. Handbook of ternary alloy phase diagrams/P. Villars, A. Prince and H. Okamoto. – American society for metals, 1995. – P. 10.

184. Hong M., Ren F., Zhang H., Xiao X., Yang B., Tian C., Fu D., Wang Y., Jiang C. Enhanced radiation tolerance in nitride multilayered nanofilms with small period-thicknesses //Applied Physics Letters. – 2012. – Vol. 101. – №. 15. – Article number 153117. – P. 1–10.

185. Uglov V.V., Kvasov N.T., Remnev G.E., Shymanski V.I., Korenevski E.L., Zlotski S.V., Abadias G., O'Connell J., Vuuren A. Size effect in AlN/SiN multilayered films irradiated with helium and argon ions //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2018. – Vol. 435. – P. 228–235.

186. Bugnet M., Cabioc'h T., Mauchamp V., Guerin Ph., Marteau M., Jaouen M. Stability of the nitrogen-deficient Ti_2AlN_x MAX phase in Ar^{2+} -irradiated (Ti, Al)N/ Ti_2AlN_x multilayers //Journal of materials science. – 2010. – Vol. 45. – №. 20. – P. 5547–5552.

187. Chen Y., Jiao L., Sun C., Song M., Yu K.Y., Liu Kirk Y.M., Li M., Wang H., Zhang X. In situ studies of radiation induced crystallization in Fe/ α - Y_2O_3 nanolayers //Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Vol. 452. – №. 1–3. – P. 321–327.

188. Su Q., Wang T., Gigax J., Shao L., Nastasi M. Resistance to Helium Bubble Formation in Amorphous SiOC/Crystalline Fe Nanocomposite //Materials. – 2019. – Vol. 12. – №. 1. – Article number 93. – P. 1–9.

189. Turos A., Gawlik G., Jagielski J., Stonert A., Matz W., Groetzschel R. Ion beam mixing of the ZrO_2/Fe system //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1999. – Vol. 148. – №. 1–4. – P. 778–782.
190. Wang H., Gao Y., Fu E., Yang T., Xue J., Yan S., Chu P.K., Wang Y. Irradiation effects on multilayered W/ZrO_2 film under 4 MeV Au ions //Journal of nuclear materials. – 2014. – Vol. 455. – №. 1–3. – P. 86–90.
191. Du J.L., Chen H.Q., Xu C., Fan Y., Qiu Y.H., Wang H., Fu E.G. Stress of misfit dislocation at Fe/MgO interface drives the annihilation of radiation induced defects //Acta Materialia. – 2021. – Vol. 210. – Article number 116798. – P. 1–8.
192. Du J.L., Chen H.Q., Wu Z.M., Wang Y.F., Yan Y., Yang K.J., Liu Z.L., Zhang J., Fu E.G. Radiation response on the Nb/MgO interface with different interface angles //Nuclear Materials and Energy. – 2021. – Vol. 26. – Article number 100913. – P. 1–5.
193. MacKenzie I.K., Khoo T.L., McDonald A.B., McKee B.T.A. Temperature dependence of positron mean lives in metals //Physical Review Letters. – 1967. – Vol. 19. – №. 17. – Article number 946. – P. 1–10.
194. Seeger A. The study of defects in crystals by positron annihilation //Applied physics. – 1974. – Vol. 4. – №. 3. – P. 183–199.
195. Agarwal S., Liedke M.O., Jones A.C.L., Reed E., Kohnert A.A., Uberuaga B.P., Wang Y.Q., Cooper J., Kaoumi D., Li N., Auguste R., Hosemann P., Capolungo L., Edwards D.J., Butterling M., Hirschmann E., Wagner A., Selim F.A. A new mechanism for void-cascade interaction from nondestructive depth-resolved atomic-scale measurements of ion irradiation-induced defects in Fe //Science advances. – 2020. – Vol. 6. – №. 31. – Article number eaba8437. – P. 1–10.
196. Puska M.J., Nieminen R.M. Defect spectroscopy with positrons: a general calculational method //Journal of Physics F: Metal Physics. – 1983. – Vol. 13. – №. 2. – Article number 333. – P. 1–15.

197. Hakala M., Puska M.J., Nieminen R.M. Momentum distributions of electron-positron pairs annihilating at vacancy clusters in Si //Physical Review B. – 1998. – Vol. 57. – №. 13. – Article number 7621. – P. 1–10.
198. Krause-Rehberg R., Leipner H.S. Positron annihilation in semiconductors: defect studies. – 1999.
199. Saarinen K., Hautajarvi P., Keinonen J., Rauhala E., Raisanen J., Corbel C. Defect structure and recovery in hydrogen-implanted semi-insulating GaAs //Physical Review B. – 1991. – Vol. 43. – №. 5. – Article number 4249. – P. 1–6.
200. Liskay L., Corbel C., Baroux L., Hautojärvi P., Bayhan M., Brinkman A.W., Tatarenko S. Positron trapping at divacancies in thin polycrystalline CdTe films deposited on glass //Applied physics letters. – 1994. – Vol. 64. – №. 11. – P. 1380–1382.
201. Clement M., J.M.M. de Nijs J.M.M., Balk P., Schut H., van Veen A. Analysis of positron beam data by the combined use of the shape- and wing-parameters //Journal of applied physics. – 1996. – Vol. 79. – №. 12. – P. 9029–9036.
202. Selim F.A. Positron annihilation spectroscopy of defects in nuclear and irradiated materials-a review //Materials Characterization. – 2021. – Article number 110952. – P. 1–16.
203. Horodek P., Seimek K., Dryzek J., Wrobel M. Positron annihilation and complementary studies of copper sandblasted with alumina particles at different pressures //Materials. – 2017. – Vol. 10. – №. 12. – Article number 1343. – P. 1–15.
204. Bečvář F., Čížek J., Lešták L., Novotný I., Procházka I., Šebesta F. A high-resolution BaF₂ 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. – Vol. 443. – №. 2–3. – P. 557–577.
205. 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.
– Vol. 381. – №. 1. – P. 141–151.

206. Djourelou N., Misheva M. Source correction in positron annihilation lifetime spectroscopy //Journal of Physics: Condensed Matter. – 1996. – Vol. 8. – №. 12. – Article number 2081. – P. 1–8.

207. McGuire S., Keeble D.J. Positron lifetime and implantation in Kapton //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2006. – Vol. 39. – №. 15. – Article number 3388. – P. 1–7.

208. Schultz P.J., Lynn K.G. Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces //Reviews of Modern Physics. – 1988. – Vol. 60. – №. 3. – Article number 701. – P. 1–8.

209. Triftshäuser W., Kögel G. Defect structures below the surface in metals investigated by monoenergetic positrons //Physical Review Letters. – 1982. – Vol. 48. – №. 25. – Article number 1741. – P. 1–8.

210. Triftshäuser W., Kögel G., Bohdansky J. Helium implantation in metals investigated by monoenergetic positrons //Journal of Nuclear Materials. – 1982. – Vol. 111. – P. 687–694.

211. Mills Jr A.P., Platzman P.M., Brown B.L. Slow-positron emission from metal surfaces //Physical Review Letters. – 1978. – Vol. 41. – №. 15. – Article number 1076. – P. 1–12.

212. Hyodo T., Wada K., Yagishita A., Kosuge T., Saito Y., Kurihara T., Kikuchi T., Shirakawa A., Sanami T., Ikeda M., Ohsawa S., Kakihara K., Shidara T. KEK-IMSS slow positron facility //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2011. – Vol. 262. – №. 1. – Article number 012026. – P. 1–6.

213. Hugenschmidt C., Kögel G., Repper R., Schreckenbach K., Sperr P., Strasser B., Triftshäuser W. NEPOMUC-the new positron beam facility at FRM II //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications Ltd, 2004. – Vol. 445. – P. 480–482.

214. Hugenschmidt C., Kögel G., Repper R., Schreckenbach K., Sperr P., Strasser B., Triftshäuser W. Intense positron source at the Munich research reactor

FRM-II //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications Ltd, 2001. – Vol. 363. – P. 425–429.

215. Xu Q., Sato K., Yoshiie T., Sano T., Kawabe H., Nagai Y., Nagumo K., Inoue K., Toyama T., Oshima N. Show full author list Positron beam facility at Kyoto University research reactor //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2014. – Vol. 505. – №. 1. – Article number 012030. – P. 1–6.

216. Krause-Rehberg R. et al. Progress of the intense positron beam project EPOS //Applied Surface Science. – 2008. – V. 255. – №. 1. – P. 22-24.

217. Hugenschmidt C., Ceeh H., Gigl T., Lippert F., Piochacz C., Pikart P., Reiner M., Weber J., Zimnik S. The upgrade of the neutron induced positron source NEPOMUC //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2013. – Vol. 443. – №. 1. – Article number 012079. – P. 1–8.

218. Hugenschmidt C., Löwe B., Mayer J., Piochacz C., Pikart P., Repper R., Stadlbauer M., Schreckenbach K. Unprecedented intensity of a low-energy positron beam //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2008. – Vol. 593. – №. 3. – P. 616–618.

219. Djourelou N., Oprisa A., Leca V. Source of slow polarized positrons using the brilliant gamma beam at ELI-NP. Converter design and simulations //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2016. – Vol. 806. – P. 146–153.

220. Coleman P.G. Positron beams and their applications. – World Scientific, 2000.

221. Vehanen A., Saarinen K., Hautojarvi P., Huomo H. Profiling multilayer structures with monoenergetic positrons //Physical Review B. – 1987. – Vol. 35. – №. 10. – Article number 4606. – P. 1–10.

222. Asoka-Kumar P., Lynn K.G. Implantation profile of low-energy positrons in solids //Applied physics letters. – 1990. – Vol. 57. – №. 16. – P. 1634–1636.

223. Dryzek J., Horodek P. GEANT4 simulation of slow positron beam implantation profiles //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2008. – Vol. 266. – №. 18. – P. 4000–4009.

224. Weber M.H., Selim F.A., Solodovnikov D., Lynn K.G. Defect engineering of ZnO //Applied surface science. – 2008. – Vol. 255. – №. 1. – P. 68–70.

225. 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. – Vol. 267. – №. 21–22. – P. 3580–3589.

226. Winarski D.J., Anwand W., Wagner A., Saadatkia P., Selim F.A., Allen M., Wenner B., Leedy K., Allen J., Tetlak S., Look D.C. Induced conductivity in sol-gel ZnO films by passivation or elimination of Zn vacancies //AIP Advances. – 2016. – Vol. 6. – №. 9. – Article number 095004. – P. 1–9.

227. Selim F.A., Solodovnikov D., Weber M.H., Lynn K.G. Identification of defects in $Y_3Al_5O_{12}$ crystals by positron annihilation spectroscopy //Applied Physics Letters. – 2007. – Vol. 91. – №. 10. – Article number 104105. – P. 1–10.

228. Ito K. Preliminary results on low-energy positron age-momentum correlation measurements based on a radioisotope-source positron beam //JJAP Conference Proceedings. – The Japan Society of Applied Physics, 2017. – Vol. 7. – Article number 011302. – P. 1–5.

229. Wagner A., Butterling M., Liedke M.O., Potzger K., Krause-Rehberg R. Positron annihilation lifetime and Doppler broadening spectroscopy at the ELBE facility //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2018. – Vol. 1970. – №. 1. – Article number 040003. – P. 1–11.

230. Krause-Rehberg R., Sachert S., Brauer G., Rogov A., Noack K. EPOS—An intense positron beam project at the ELBE radiation source in Rossendorf //Applied Surface Science. – 2006. – Vol. 252. – №. 9. – P. 3106–3110.

231. Sabelová V., Sabelová V., Kršjak V., Kuriplach J., Petriska M., Slugeň V., Veterníková J.S. Characterization of helium implanted Fe–Cr alloys by means of

positron annihilation methods //Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Vol. 450. – №. 1–3. – P. 54–58.

232. Maekawa M., Kawasuso A. Characterization of helium bubbles in Si by slow positron beam //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2010. – Vol. 225. – №. 1. – Article number 012032. – P. 1–8.

233. Krsjak V., Kuriplach J., Vieh C., Peng L., Dai Y. On the empirical determination of positron trapping coefficient at nano-scale helium bubbles in steels irradiated in spallation target //Journal of Nuclear Materials. – 2018. – Vol. 504. – P. 277–280.

234. Wilke M., Teichert G., Gemma R., Pundt A., Kirchheim R., Romanus H., Schaaf P. Glow discharge optical emission spectroscopy for accurate and well resolved analysis of coatings and thin films //Thin Solid Films. – 2011. – Vol. 520. – №. 5. – P. 1660–1667.

235. Shulepov I., Lomygin A., Laptev R., Kashkarov E., Syrtanov M. Correction of the Distribution Profiles of the Intensities of Elements Considering the Uneven Dispersion of the Glow-Discharge Optical Emission Spectrometer for Multilayer Coatings Analysis //2020 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE). – IEEE, 2020. – Article number 1155–1159. – P. 1–5.

236. Siemek K., Dryzek J., Mitura-Nowak M., Lomygin A., Schabikowski M. Positron annihilation studies of long range effect in Ar, N and C ion-implanted silicon //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2020. – Vol. 465. – P. 73–78.

237. Galindo R.E., Forniés E., Albella J.M. Interfacial effects during the analysis of multilayer metal coatings by radio-frequency glow discharge optical emission spectroscopy Part 1. Crater shape and sputtering rate effects //Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2005. – Vol. 20. – №. 10. – P. 1108–1115.

238. Shimizu K., Habazaki H., Skeldon P., Thompson G.E., Wood G.C. Influence of argon pressure on the depth resolution during GDOES depth profiling analysis of thin films //Surface and Interface Analysis: An International Journal

devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films. – 2000. – Vol. 29. – №. 2. – P. 155–159.

239. Shimizu K., Habazaki H., Skeldon P., Thompson G.E., Marcus R.K. Influence of interfacial depth on depth resolution during GDOES depth profiling analysis of thin alumina films //Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films. – 2001. – Vol. 31. – №. 9. – P. 869–873.

240. Galindo R.E., Gago R., Forniés E., Muñoz-Martín A., Climent Font A., Albella J.M. Nanometric resolution in glow discharge optical emission spectroscopy and Rutherford backscattering spectrometry depth profiling of metal (Cr, Al) nitride multilayers //Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2006. – Vol. 61. – №. 5. – P. 545–553.

241. Galindo R.E., Forniés E., Albella J.M. Interfacial effects during the analysis of multilayer metal coatings by radio-frequency glow discharge optical emission spectroscopy Part 2. Evaluation of depth resolution function and application to thin multilayer coatings //Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2005. – Vol. 20. – №. 10. – P. 1116–1120.

242. Шульмин В. А. Экономическое обоснование в дипломных проектах: учебное пособие для вузов / В. А. Шульмин, Т. С. Усынина. – Старый Оскол: ТНТ, 2012. – 192 с.

243. Кнышова Е. Н. Экономика организации: учебник / Е. Н. Кнышова, Е. Е. Панфилова. – Москва: Форум Инфра-М, 2012. – 334 с.: ил. – Профессиональное образование.

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

245. ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.

246. ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования.

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

248. СП 2.4.3648-20 «Санитарно-эпидемиологические требования к организациям воспитания и обучения, отдыха и оздоровления детей и молодежи».

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

250. СНиП 23-05-95* Естественное и искусственное освещение [Текст] - Москва: ССтандартинформ, 2018. – 121 с.

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

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

253. ГОСТ 12.4.275-2014 (EN 13819-1:2002). Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органа слуха. Общие технические требования. Методы испытаний".

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

255. СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах.

256. ГОСТ 12.4.002-97 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты рук от вибрации. Технические требования и методы испытаний.

257. Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 января 2014 г. N 33н "Об утверждении Методики проведения специальной оценки условий труда, Классификатора вредных и (или) опасных производственных факторов, формы отчета о проведении специальной оценки условий труда и инструкции по ее заполнению" (с изменениями и дополнениями).

258. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов.

259. ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

260. ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества

261. ГОСТ 12.1.006-84* ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

262. ГН 2.2.5.3532-18 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

263. ГОСТ Р 53481-2009 Системы смазочные. Требования безопасности.

264. ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов.

265. 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 МHz, 16 Mb RAM //М.: Юрайт. – 2017. – Т. 404.

266. Приказ Ростехнадзора от 25.03.2014 N 116 (ред. от 12.12.2017) Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением (Зарегистрировано в Минюсте России 19.05.2014 N 32326).

267. ГОСТ Р 51057-2001 Техника пожарная. Огнетушители переносные. Общие технические требования. Методы испытаний.

Приложение А
(обязательное)

Таблица А.1 – Календарный план-график проведения магистерской диссертации по теме «Влияние протонного облучения на микроструктуру и свойства наноразмерных металлических слоев Zr/Nb»

№ работ	Вид работ	НР Ткд, кал. дн.	И 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															

Приложение Б

Раздел 2 Материалы и методы

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0БМ91	Ломыгин Антон		

Руководитель ВКР (НОЦ) – Экспериментальной физики:

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

Консультант – лингвист отделения иностранных языков ШБИП:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОИЯ ШБИП	Зяблова Наталия Николаевна	к.ф.н.		

Chapter 2. The research methodology

2.1 Sample preparation

Nano-composite coatings were deposited by magnetron sputtering of Zr (99.99% purity) and Nb (99.99% purity) targets on a substrate of monocrystalline Si (100). The total thickness of the deposited coatings was $1 \pm 0.1 \mu\text{m}$, the thickness of individual layers: 100 ± 10 (ZrNb100), 50 ± 5 nm (ZrNb50), 25 ± 2 nm (ZrNb25), 10 ± 1 nm (ZrNb10), and monolayer Zr and Nb coatings. The multilayer structure was produced by alternately opening and closing the gates at each target at a chamber pressure of 0.5 Pa. The deposition took place in an argon atmosphere, without heating the substrate. The samples were irradiated with a proton beam at the ESG–2.5 linear booster. The beam energy was 1750 keV for all samples, ion current was 2 and 4 μA , irradiation time varied from 15 to 120 minutes. At this irradiation time, the dose received was: $3.4 \cdot 10^{15}$ ion/cm² for 15 minutes, $8.6 \cdot 10^{15}$ ion/cm² for 30 minutes, and $3.4 \cdot 10^{16}$ ion/cm² for 120 minutes. An energy of 1750 keV was chosen due to some machine features of the linear booster. Before being placed in the linear booster chamber, the samples were wrapped in 33 μm thick aluminum foil to inhibit the protons (reduce the energy). Proton irradiation wasn't randomly chosen because defect formation during proton irradiation is similar to defect formation during fast neutron irradiation.

A detailed investigation of the fine structure of the samples was performed by transmission electron microscopy (TEM) on a JEM-2100F microscope (JEOL, Akishima, Japan). Preparation of samples for TEM was performed by ion thinning using an Ion Slicer EM-09100IS (JEOL, Akishima, Japan). During sample preparation, argon was used as the working gas, the accelerating voltage was 8 kV, the etching angle was $1.5\text{--}4^\circ$, and the process was monitored using a CCD camera.

2.2 The principle of defect detection by positrons

The detection of defects by positrons is based on the fact that positrons may be trapped by lattice defects [1]. This is because a positron is strongly repelled by ion cores in the lattice as a result of their positive charge; thus, the absence of a positive charge in a vacancy provides an attractive potential that traps positrons at this site. A typical trap site binds the positron with an energy of the order of 1 eV, which is large enough for the positron to remain trapped until it annihilates [2]. Three spectroscopies of positron annihilation, namely positron annihilation lifetime spectrometry (PALS), Doppler broadening spectroscopy (DBS), and angular correlation of annihilation photons (ACAP), can be used effectively for defect detection. However, because of the experimental difficulty in ACAP setup, PALS and DBS are typically used, each of them can provide information about the defect content and has its own unique capabilities. Employing them together was shown to be quite useful [3].

In more detail, when a positron enters a medium, it thermalizes, that is, loses its kinetic energy within a few picoseconds, then exists in a periodically Bloch state [4]. Because of the repulsive force exerted by the positive nuclei, the positron occupies the interstitial regions in the lattice, which is the reason behind its long diffusion length (more than 100 nm). As mentioned above, lattice defects, such as vacancies and open volume defects, provide a minimum potential for positrons where they can be trapped, form a bound state, and become highly localized in the vacancy [4] until they annihilate. Because of the strong localization of the positron wave function inside the trap, it overlaps more with valence electrons and less with core electrons, leading to less Doppler broadening in the emitted annihilation photons and a narrower 511 keV peak [5]. A positron annihilating in a vacancy or open volume defect encounters an electron density lower than the average electron density of the rest of the material, leading to a longer positron lifetime than those annihilating in the defect-free lattice.

2.3 Doppler broadening spectroscopy

DBS uses a high-energy resolution detector, typically a high-purity Ge detector (HpGe), to measure the energy of annihilation photons and record the 511 keV peak spectrum [6]. Line shape parameters S (stands for the shape of the peak) and W (stands for the wing of the peak), known as defect parameters, are often used to characterize the peak; they are defined in Fig. 3. S reflects the positron annihilation fraction with low momentum valence electrons and W reflects the positron annihilation fraction with core electrons. Since positron trapping at defects leads to a high probability of annihilation with valence electrons, an increase in S is an unambiguous indication of an increase of the defect content in the lattice [7]. While DBS does not provide direct information about the size of defects, qualitative information about the change in defect structure can be predicted from the S-W graph as described in refs. [8, 9]. Comparison of the absolute values of S and W measured using different spectrometers is discouraged because of their dependence on the spectrometer energy resolution and the position of the windows chosen in their definition (Figure 2.1).

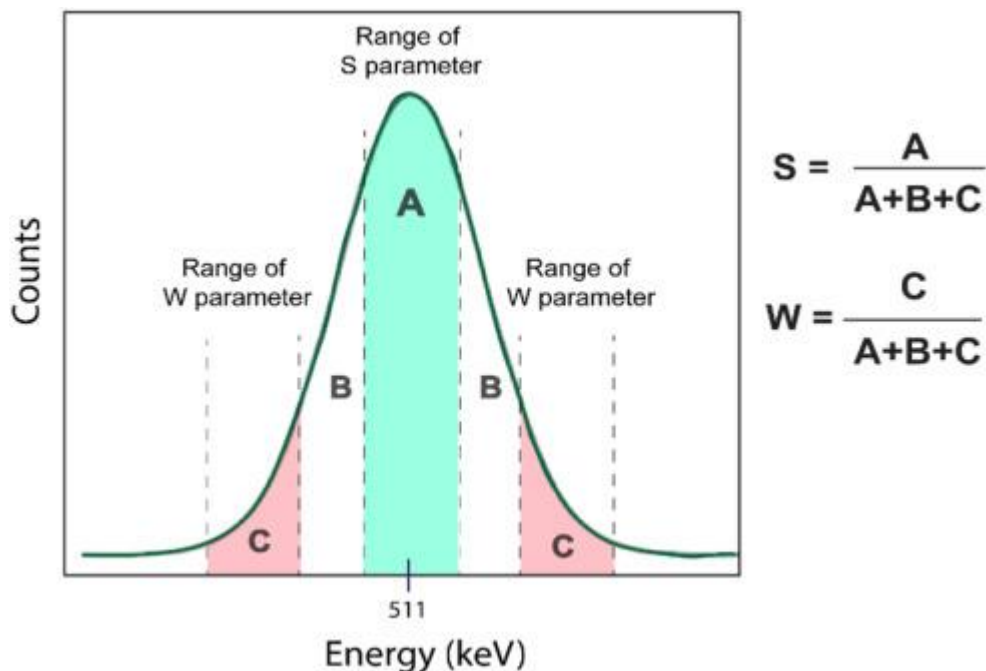


Figure 2.1 – Definition of defect parameters S and W extracted from the 511 keV annihilation peak. A typical value for the windows are: from 510.2 to 511.8 keV for region A. For the wings C, from 507.8 to 509.3 keV and from 512.7 to 514.8 keV [10]

2.4 Beam Positron Annihilation Spectroscopy with Variable Energy

Positrons are usually produced by radioactive decay or by pair formation from high-energy γ -quanta.

β^+ radioisotopes are most commonly used to generate positrons for positron annihilation spectroscopy (PAS) studies. Positrons are emitted by the decay process:



where p^+ and n^0 stands for proton and neutron, respectively, ν_e for electron neutrino; e^+ for positron.

Among the β^+ radioisotopes, ^{22}Na (half-life of 2.6 years) is the most commonly used for PAS studies. It decays into ^{22}Ne , and the filament nucleus is deactivated by the emission of a γ -quantum with an energy of 1274 keV, the so-called start signal. Since the lifetime of the excited state of ^{22}Ne is several ps, only the γ -quantum is emitted almost simultaneously with the positron and thus provides important information as to at what time the positron was born.

Common β^+ radioisotope positron sources are obtained by sealing a small radioactive ^{22}Na source (approximately ~ 1 MBq) between two thin metal or polymer foils [11]. This source is sandwiched between the two parts of the sample under study to ensure that the positron emitted in either direction penetrates the sample. As a consequence, there is always some fraction (a few percent) of positrons annihilating at the positron source location and the covering foil. This so-called source contribution must be determined using a suitable reference sample and subtracted from the PAS spectra [12–15].

Positrons can also be generated from nuclear reactions [16]. In all cases, positrons are produced with a wide energy spectrum and thus are only relevant for bulk PAS studies. Depth-resolved PAS or studies of surfaces, thin films, interfaces, and defects induced by ion irradiation require tunable monoenergetic slow positron beams [17–20]. Thanks to the development of the moderation technique [21], slow positron and variable energy positron beams were realized since the 1980's [16].

Details about the moderation technique and positron beam components can be found elsewhere [21–31]. A low-energy positron beam of tunable energy (0–40 keV) can provide a depth-resolved probe for defects from surface to approximately 1–2 μm of a solid. The interpretation of depth-resolved PAS requires an understanding of the positron implantation profile [32]. The Makhovian implantation profile [33, 34] serves as an excellent approximation for determining positron implantation depth (Figure 2.2):

$$P(z) = \frac{m * z^{m-1}}{z_0^m} * \exp\left(-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m\right), \quad (2.2)$$

where z is the depth of positron penetration from the surface; m and z_0 are parameters that are determined experimentally for each material [35].

It is well known that only z_0 depends on the positron implant energy E (in keV) as follows:

$$z_0 = \frac{A}{\rho * \Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right)} * E^n, \quad (2.3)$$

where ρ is the density of the material investigated; A and n are constants; Γ is the gamma function. The parameter z_0 is a function of material density.

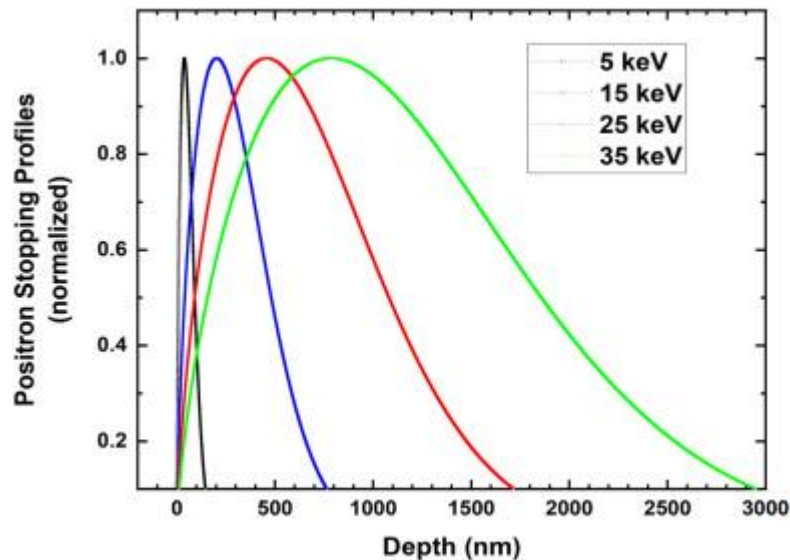


Figure 2.2 – Makhovian distribution profiles of positrons in Fe at different implantation energies [10]

During the last four decades, a number of positron beams were developed worldwide providing an excellent probe for surface studies and the investigation of

ion-induced defects at the atomistic level. Until recently, almost all the developed tunable energy slow positron beams were DC beams, which only enabled variable energy Doppler broadening spectroscopy (VEDBS) and could not be used for lifetime spectroscopy. The detection of the annihilation photons and signal processing for VEDBS is similar to the bulk DBS described in the previous section. The difference between bulk DBS and VEDBS is that in the former one 511 keV peak is recorded and one S-parameter and one W-parameter are extracted for the sample representing the bulk properties while in VEDBS the 511 keV peak is recorded at each positron beam energy (E) and S and W versus E curves are generated [36–38]. Thus, VEDBS enables depth resolved investigation of defects and the calculation of positron diffusion length, which will be explained in detail in a later section.

As noted above, PALS is possible in bulk measurements owing to the 1.27 MeV quanta emitted with each positron from the Na-22 source; this signal is not available for the moderated positrons. Instead, time-resolved (that is, pulsed) positron beams should be used to perform PALS in ion-irradiated materials or depth-resolved measurements of thin films. Several approaches have been developed to provide such a beam [16]. However, the time resolution was more than 500 ps, where positron lifetime measurements in metals require a timing resolution of 200–300 ps. Only in the last several years, some facilities were successful in developing a pulsed beam with an approximate 200 ps pulse width [39, 40] and several PALS measurements were recently conducted to investigate defects in He and ion irradiated materials [41–43].

The equipment on positron beams with variable energy described below is located at JINR LNP in Dubna. Figure 2.3 shows the installation itself, only a certain part of it is used for PAS, because the positrons in this installation can be used both for the PAS method and for the LEPTA (Low Energy Particle Toroidal Accumulator) project.



Figure 2.3 – General view of the complex: 1 – positron source, 2 – positron trap, 3 – positron injection channel, 4 – septum solenoids, 5 – kicker (inside septum solenoid), 6 – toroidal solenoids, 7 – solenoid and quadrupole winding, 8 – electronic cooling section, straight solenoid, 9 – electronic booster, 10 – electronic collector, 11 – power sources 12 – experimental channel, 13 – control panel

The Cryogenic Slow Monochromatic Positron Source (CSMPS) is a key element of the slow positron injector. High-energy positrons emitted during the decay of the isotope ^{22}Na enter the solid-state moderator, where they lose their energy through ionization losses and (below the ionization threshold) are slowed down to thermal speeds through electron-hole pair creation and exciton and phonon excitation. Solid neon is chosen as the moderator. This is necessary because the positrons emitted by the isotope ^{22}Na have a wide energy spectrum with a maximum at about 200 keV (Figure 2.4). To form from this spectrum a monochromatic beam of low energy positrons a moderator is used, which is characterized by the deceleration efficiency ε and the width of the spectrum of slow positrons.

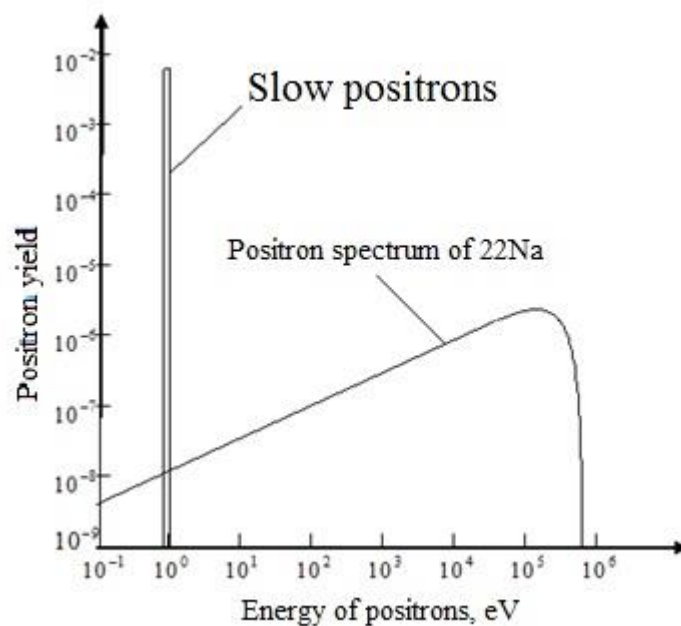


Figure 2.4 – The spectrum of positrons emitted by ^{22}Na before and after neon freezing on the emitter output foil

The thickness of the solid neon layer must be chosen approximately equal to the positron ionization range length at the energy corresponding to the maximum spectrum of positrons emitted by ^{22}Na (Figure 2.4) in order to achieve the maximum yield of slow positrons from the moderator. Deceleration in solid neon produces a continuous spectrum of slow monochromatic positrons from the wide spectrum of positrons emitted by ^{22}Na (Figure 2.4).

In general, sources using solid neon as a moderator begin the process of «growing» the moderator by cooling the emitter substrate to a temperature of about 5K, after which gaseous neon is pumped into the vacuum chamber where the radioactive isotope is placed, some of which condenses on the substrate to form a solid moderator.

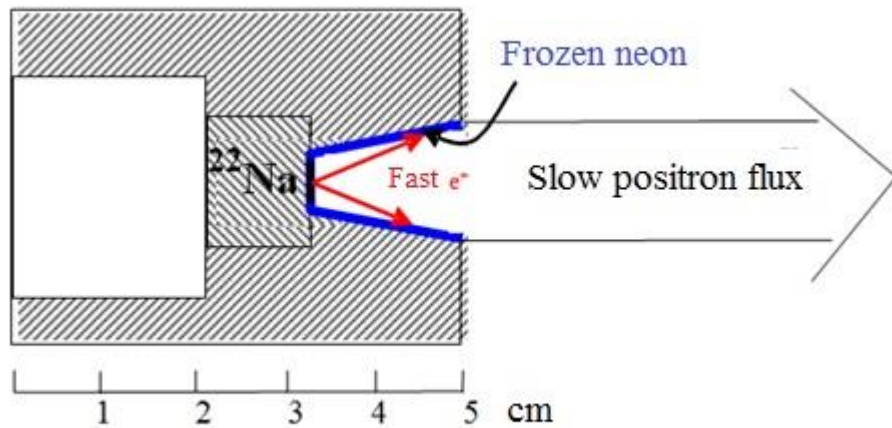


Figure 2.5 – Positron emitter block

The process of moderator frosting is initiated after a steady-state temperature is established in the cooled substrate. The main elements of the neon induction line to control the thickness of the frozen neon layer are the measuring volume and the choke with a large impedance Z .

As the thickness of the moderator increases, the slow positron yield increases. The maximum slow positron yield corresponds to a moderator thickness of $130\ \mu\text{m}$. The average positron flux is $5 \cdot 10^6 - 10^7$ positrons per second. This flux intensity can be obtained from the radioactive isotope ^{22}Na with an activity of 25–50 mCi.

The particles are accelerated by a static electric field in the gap of a pass isolator (Figure 2.6, position 11), separating the part of the injector suspended under potential (1–10 kV) from the part of the channel and ring having zero potential. The accelerating gap has a specially shaped electrode, providing adiabatic acceleration of particles.

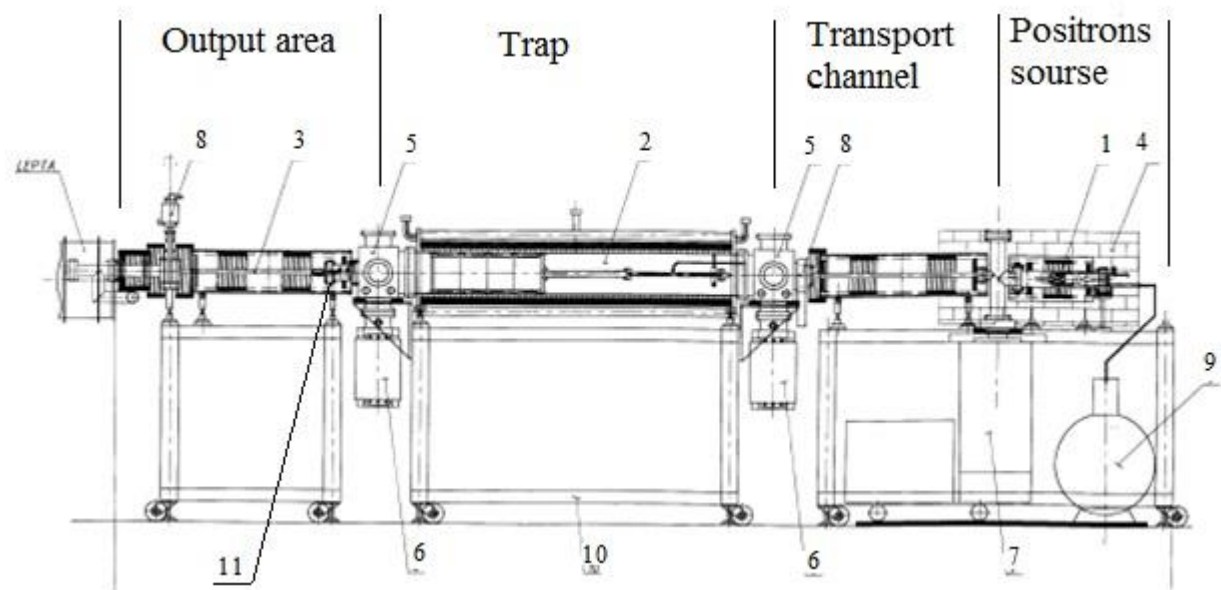


Figure 2.6 – Pulsed positron injector: 1 – positron source, 2 – positron trap, 3 – positron injection section into the accumulator, 4 – radiation protection, 5 – vacuum post, 6 – magnetic discharge pump, 7 – turbomolecular pump, 8 – gate valve, 9 – Dewar vessel, 10 – support, 11 – bushing insulator

The PAS requires no positron trap; this section of the facility is a common section for the two LEPTA and PAS equipment (Figure 2.3).

After the moderator, a beam of monoenergetic positrons with an energy of 50 eV enters the transport channel. In addition, the transport channel is used to separate positrons by energy: the axes of the vacuum chambers of the positron source and the transport channel are vertically offset relative to each other, and a special superposition of the longitudinal field of solenoids and an additional transverse magnetic field ensure that only slow positrons are trapped. Pumping of all injector assemblies is performed with oil-free pumps, as positrons actively annihilate on hydrocarbon molecules.

The DBS method is currently used on the positron injector. The DBS spectrometer is made according to the standard scheme (Figure 2.7). It consists of a high voltage source, HpGe detector, preamplifier, multichannel analyzer and computer. The HpGe detector from Baltic Scientific Instruments is used to register the gamma quantum produced by positron annihilation. The detector has the

following parameters: relative detection efficiency of 1.33 MeV γ -quants (IEC 60973) is 30%; energy resolution (full width at half-height at 511 keV) is less than 1.25 keV; detector energy range is within 40 keV to 10 MeV. The detector is powered by a 6 kV voltage source made in the NIM standard by the same company.

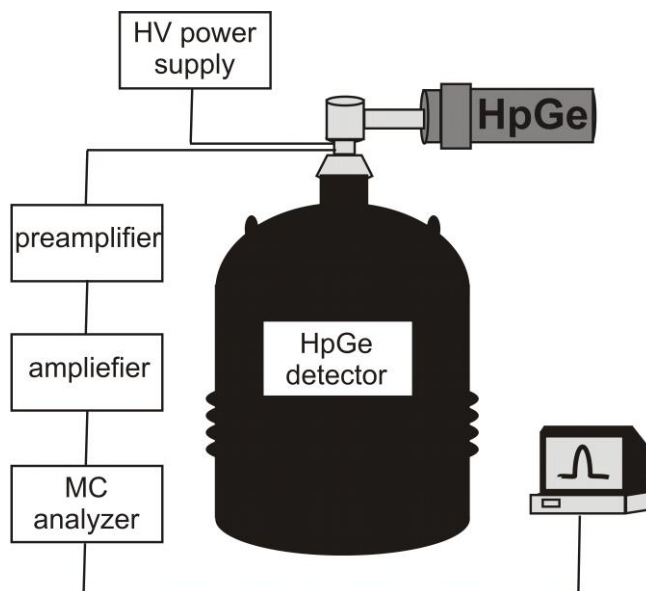


Figure 2.7 – Schematic diagram of the DBS spectrometer

The samples to be investigated are placed in the vacuum chamber at the trap outlet on the axis of the direct flow of positrons from the CSMPS (the potentials of the trap electrodes in this case are equal to zero). The samples are placed on a movable isolated vacuum inlet, to which an adjustable negative potential up to 35 kV is applied. Annihilation γ -quants are registered by the HpGe detector, which has a resolution of 1.2 keV at a quantum energy of 511 keV. The detector is placed in a recess of the vacuum chamber as close as possible to the irradiated sample.

The signal after passing through the detector (the preamplifier is built in the detector) is amplified in the ORTEC 572 A amplifier and comes to the TUKAN 8k multichannel analyzer with 8192-channel resolution, which is connected to a computer. Thus, the spectrum of the annihilation process is obtained and S-, W-parameters are calculated. The approximate measurement time is about one hour.

The obtained DBS spectra were analyzed by determining the S and W parameters using the SP-11 software.

2.5 Glow discharge optical emission spectroscopy

In glow discharge optical emission spectroscopy (GDOES), sputtering and excitation are a two-step process [44–47]. When a flat sample is placed perpendicular to the copper anode tube, a sealing ring tightly closes the vacuum chamber. After the source is evacuated and the appropriate pressure of noble gas (more often argon) is reached, the plasma is initiated by applying a high potential between the anode tube and the sample. This results in an electrical breakdown of the gas and electrons and positively charged argon ions (Figure 2.8).

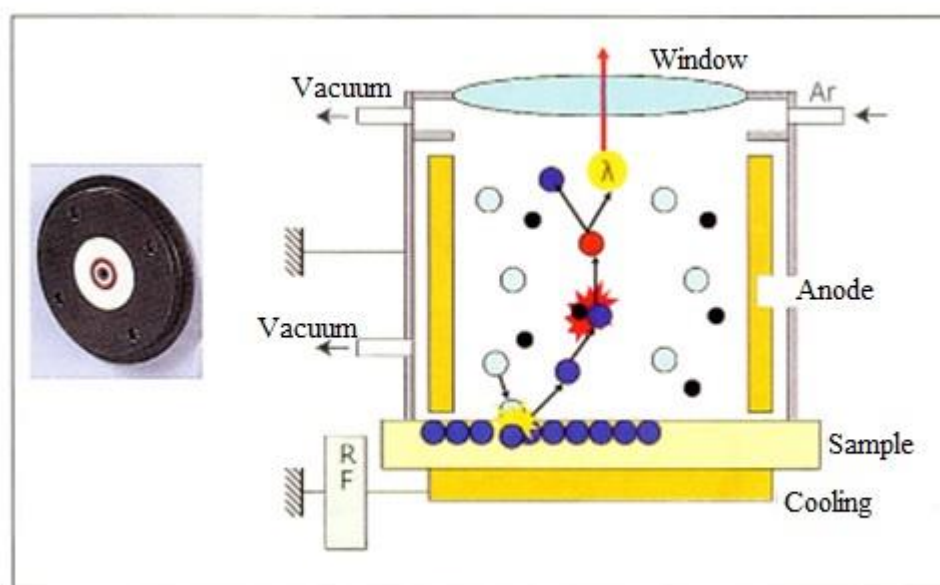


Figure 2.8 – Device of the glow discharge lamp [47]

Argon ions are accelerated toward the surface of the sample cathode in the electric field. When the ions hit the surface with sufficient energy, the surface material is released into the plasma. This so-called atomization provides the continuous removal of material that is necessary for depth profiling. After entering the plasma, the atomized material undergoes collision processes. Thus, the most important processes are electron excitation through collisions with energetic plasma electrons and ionization through collisions with either energetic electrons or metastable plasma species. GDOES is based on the detection of photons emitted by

these excited states in the plasma using phototubes or CCDs in mono- or polychromators.

New developments in GDOES have paved the way for new applications in the analysis of conductive and non-conductive thin and ultrathin films. New RF sources with integrated voltage and current sensors allow direct measurement of source voltage, current, and power loss, thereby providing better control of the discharge and the ability to precisely calibrate using multiple matrices. Given the high atomization rates of the GDOES, a major plus is the ability to use the RF source in pulsed mode, thereby reducing the atomization rate. In addition to improving depth resolution by optimizing additional parameters such as pulse duration and duty cycle, pulsed discharges reduce thermal exposure, which is important for analyzing insulators since these samples or layers are often poor thermal conductors. In addition, pulsed discharges allow reproducible measurements with improved detection limits and lower self-absorption, allowing the detection of less material present in thin layers. This study will use the GD-Profiler 2 glow discharge spectrometer.

References

1. MacKenzie I.K., Khoo T.L., McDonald A.B., McKee B.T.A. Temperature dependence of positron mean lives in metals //Physical Review Letters. – 1967. – Vol. 19. – №. 17. – Article number 946. – P. 1–10.
2. Seeger A. The study of defects in crystals by positron annihilation //Applied physics. – 1974. – Vol. 4. – №. 3. – P. 183–199.
3. Agarwal S., Liedke M.O., Jones A.C.L., Reed E., Kohnert A.A., Uberuaga B.P., Wang Y.Q., Cooper J., Kaoumi D., Li N., Auguste R., Hosemann P., Capolungo L., Edwards D.J., Butterling M., Hirschmann E., Wagner A., Selim F.A. A new mechanism for void-cascade interaction from nondestructive depth-resolved atomic-scale measurements of ion irradiation–induced defects in Fe //Science advances. – 2020. – Vol. 6. – №. 31. – Article number eaba8437. – P. 1–10.
4. Puska M.J., Nieminen R.M. Defect spectroscopy with positrons: a general calculational method //Journal of Physics F: Metal Physics. – 1983. – Vol. 13. – №. 2. – Article number 333. – P. 1–15.
5. Hakala M., Puska M.J., Nieminen R.M. Momentum distributions of electron-positron pairs annihilating at vacancy clusters in Si //Physical Review B. – 1998. – Vol. 57. – №. 13. – Article number 7621. – P. 1–10.
6. Krause-Rehberg R., Leipner H.S. Positron annihilation in semiconductors: defect studies. – 1999.
7. Saarinen K., Hautajarvi P., Keinonen J., Rauhala E., Raisanen J., Corbel C. Defect structure and recovery in hydrogen-implanted semi-insulating GaAs //Physical Review B. – 1991. – Vol. 43. – №. 5. – Article number 4249. – P. 1–6.
8. Liskay L., Corbel C., Baroux L., Hautojärvi P., Bayhan M., Brinkman A.W., Tatarenko S. Positron trapping at divacancies in thin polycrystalline CdTe films deposited on glass //Applied physics letters. – 1994. – Vol. 64. – №. 11. – P. 1380–1382.

9. Clement M., J.M.M. de Nijs J.M.M., Balk P., Schut H., van Veen A. Analysis of positron beam data by the combined use of the shape- and wing-parameters //Journal of applied physics. – 1996. – Vol. 79. – №. 12. – P. 9029–9036.
10. Selim F.A. Positron annihilation spectroscopy of defects in nuclear and irradiated materials-a review //Materials Characterization. – 2021. – Article number 110952. – P. 1–16.
11. Horodek P., Seimek K., Dryzek J., Wrobel M. Positron annihilation and complementary studies of copper sandblasted with alumina particles at different pressures //Materials. – 2017. – Vol. 10. – №. 12. – Article number 1343. – P. 1–15.
12. Bečvář F., Čížek J., Lešták L., Novotný I., Procházka I., Šebesta F. A high-resolution BaF₂ 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. – Vol. 443. – №. 2–3. – P. 557–577.
13. 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. – Vol. 381. – №. 1. – P. 141–151.
14. Djourelou N., Misheva M. Source correction in positron annihilation lifetime spectroscopy //Journal of Physics: Condensed Matter. – 1996. – Vol. 8. – №. 12. – Article number 2081. – P. 1–8.
15. McGuire S., Keeble D.J. Positron lifetime and implantation in Kapton //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2006. – Vol. 39. – №. 15. – Article number 3388. – P. 1–7.
16. Schultz P.J., Lynn K.G. Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces //Reviews of Modern Physics. – 1988. – Vol. 60. – №. 3. – Article number 701. – P. 1–8.

17. Triftshäuser W., Kögel G. Defect structures below the surface in metals investigated by monoenergetic positrons //Physical Review Letters. – 1982. – Vol. 48. – №. 25. – Article number 1741. – P. 1–8.
18. Triftshäuser W., Kögel G., Bohdansky J. Helium implantation in metals investigated by monoenergetic positrons //Journal of Nuclear Materials. – 1982. – Vol. 111. – P. 687–694.
19. Laptev R., Lomygin A., Krotkevich D., Syrtanov M., Kashkarov E., Bordulev Yu., Seimek K., Kobets A. Effect of proton irradiation on the defect evolution of Zr/Nb nanoscale multilayers //Metals. – 2020. – Vol. 10. – №. 4. – Article number 535. – P. 1–12.
20. Laptev R., Svyatkin L., Krotkevich D., Stepanova E., Pushilina N., Lomygin A., Ognev S., Seimek K., Uglov V. First-Principles Calculations and Experimental Study of H⁺-Irradiated Zr/Nb Nanoscale Multilayer System //Metals. – 2021. – Vol. 11. – №. 4. – Article number 627. – P. 1–17.
21. Mills Jr A.P., Platzman P.M., Brown B.L. Slow-positron emission from metal surfaces //Physical Review Letters. – 1978. – Vol. 41. – №. 15. – Article number 1076. – P. 1–12.
22. Hyodo T., Wada K., Yagishita A., Kosuge T., Saito Y., Kurihara T., Kikuchi T., Shirakawa A., Sanami T., Ikeda M., Ohsawa S., Kakihara K., Shidara T. KEK-IMSS slow positron facility //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2011. – Vol. 262. – №. 1. – Article number 012026. – P. 1–6.
23. Hugenschmidt C., Kögel G., Repper R., Schreckenbach K., Sperr P., Strasser B., Triftshäuser W. NEPOMUC-the new positron beam facility at FRM II //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications Ltd, 2004. – Vol. 445. – P. 480–482.
24. Hugenschmidt C., Kögel G., Repper R., Schreckenbach K., Sperr P., Strasser B., Triftshäuser W. Intense positron source at the Munich research reactor FRM-II //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications Ltd, 2001. – Vol. 363. – P. 425–429.

25. Xu Q., Sato K., Yoshiie T., Sano T., Kawabe H., Nagai Y., Nagumo K., Inoue K., Toyama T., Oshima N. Show full author list Positron beam facility at Kyoto University research reactor //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2014. – Vol. 505. – №. 1. – Article number 012030. – P. 1–6.
26. Krause-Rehberg R. et al. Progress of the intense positron beam project EPOS //Applied Surface Science. – 2008. – V. 255. – №. 1. – P. 22-24.
27. Hugenschmidt C., Ceeh H., Gigl T., Lippert F., Piochacz C., Pikart P., Reiner M., Weber J., Zimnik S. The upgrade of the neutron induced positron source NEPOMUC //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2013. – Vol. 443. – №. 1. – Article number 012079. – P. 1–8.
28. Hugenschmidt C., Löwe B., Mayer J., Piochacz C., Pikart P., Repper R., Stadlbauer M., Schreckenbach K. Unprecedented intensity of a low-energy positron beam //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2008. – Vol. 593. – №. 3. – P. 616–618.
29. Djourelou N., Oprisa A., Leca V. Source of slow polarized positrons using the brilliant gamma beam at ELI-NP. Converter design and simulations //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2016. – Vol. 806. – P. 146–153.
30. Coleman P.G. Positron beams and their applications. – World Scientific, 2000.
31. Vehanen A., Saarinen K., Hautojarvi P., Huomo H. Profiling multilayer structures with monoenergetic positrons //Physical Review B. – 1987. – Vol. 35. – №. 10. – Article number 4606. – P. 1–10.
32. Asoka-Kumar P., Lynn K.G. Implantation profile of low-energy positrons in solids //Applied physics letters. – 1990. – Vol. 57. – №. 16. – P. 1634–1636.
33. Dryzek J., Horodek P. GEANT4 simulation of slow positron beam implantation profiles //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section

B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2008. – Vol. 266. – №. 18. – P. 4000–4009.

34. Weber M.H., Selim F.A., Solodovnikov D., Lynn K.G. Defect engineering of ZnO //Applied surface science. – 2008. – Vol. 255. – №. 1. – P. 68–70.

35. 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. – Vol. 267. – №. 21–22. – P. 3580–3589.

36. Winarski D.J., Anwand W., Wagner A., Saadatkia P., Selim F.A., Allen M., Wenner B., Leedy K., Allen J., Tetlak S., Look D.C. Induced conductivity in sol-gel ZnO films by passivation or elimination of Zn vacancies //AIP Advances. – 2016. – Vol. 6. – №. 9. – Article number 095004. – P. 1–9.

37. Selim F.A., Solodovnikov D., Weber M.H., Lynn K.G. Identification of defects in $Y_3Al_5O_{12}$ crystals by positron annihilation spectroscopy //Applied Physics Letters. – 2007. – Vol. 91. – №. 10. – Article number 104105. – P. 1–10.

38. Ito K. Preliminary results on low-energy positron age-momentum correlation measurements based on a radioisotope-source positron beam //JJAP Conference Proceedings. – The Japan Society of Applied Physics, 2017. – Vol. 7. – Article number 011302. – P. 1–5.

39. Wagner A., Butterling M., Liedke M.O., Potzger K., Krause-Rehberg R. Positron annihilation lifetime and Doppler broadening spectroscopy at the ELBE facility //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2018. – Vol. 1970. – №. 1. – Article number 040003. – P. 1–11.

40. Krause-Rehberg R., Sachert S., Brauer G., Rogov A., Noack K. EPOS—An intense positron beam project at the ELBE radiation source in Rossendorf //Applied Surface Science. – 2006. – Vol. 252. – №. 9. – P. 3106–3110.

41. Sabelová V., Sabelová V., Kršjak V., Kuriplach J., Petriska M., Slugeň V., Veterníková J.S. Characterization of helium implanted Fe–Cr alloys by means of positron annihilation methods //Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Vol. 450. – №. 1–3. – P. 54–58.

42. Maekawa M., Kawasuso A. Characterization of helium bubbles in Si by slow positron beam //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2010. – Vol. 225. – №. 1. – Article number 012032. – P. 1–8.
43. Krsjak V., Kuriplach J., Vieh C., Peng L., Dai Y. On the empirical determination of positron trapping coefficient at nano-scale helium bubbles in steels irradiated in spallation target //Journal of Nuclear Materials. – 2018. – Vol. 504. – P. 277–280.
44. Wilke M., Teichert G., Gemma R., Pundt A., Kirchheim R., Romanus H., Schaaf P. Glow discharge optical emission spectroscopy for accurate and well resolved analysis of coatings and thin films //Thin Solid Films. – 2011. – Vol. 520. – №. 5. – P. 1660–1667.
45. Shulepov I., Lomygin A., Laptev R., Kashkarov E., Syrtanov M. Correction of the Distribution Profiles of the Intensities of Elements Considering the Uneven Dispersion of the Glow-Discharge Optical Emission Spectrometer for Multilayer Coatings Analysis //2020 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE). – IEEE, 2020. – Article number 1155–1159. – P. 1–5.
46. Siemek K., Dryzek J., Mitura-Nowak M., Lomygin A., Schabikowski M. Positron annihilation studies of long range effect in Ar, N and C ion-implanted silicon //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2020. – Vol. 465. – P. 73–78.
47. Nekhin M., Kuznetsov A., Chapon P. Glow discharge spectrometer PROFILER-2 - a powerful analytical tool for layer-by-layer analysis of materials // Analitika. – 2012. – Vol. 5. – №. 4. – P. 34–43 (In Russian).