

УДК 538.975

**Особенности аннигиляции позитронов в наноразмерных
металлических слоях Zr/Nb после облучения протонами**

Ц. Фань, А.Д. Ломыгин, Р.С. Лаптев

Научный руководитель: доцент, к.т.н. Р.С. Лаптев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 1195677254@qq.com

**Characteristics of the annihilation of positrons in nanoscale
metal coatings Zr/Nb after proton irradiation**

J. Fan, A.D. Lomygin, R.S. Laptev

Scientific Supervisor: Ass. Prof., PhD., R.S. Laptev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 1195677254@qq.com

Abstract. Radiation damage limits the operating time of many structural materials under extreme conditions. Nanoscale multilayer coatings (NMCs) are a promising direction in developing materials that resist radiation damage and have improved physical and mechanical properties. This paper aims to experimentally understand changes in the defect structure of nanoscale multilayer coatings (NMCs) with alternating layers of Zr and Nb under irradiation. Zr/Nb NMCs with varying thicknesses of individual layers were fabricated using magnetron sputtering and then exposed to H^+ irradiation. The evolution of the defect state under proton irradiation was studied using positron annihilation spectroscopy (PAS). The structural defects were analyzed using Doppler broadening spectroscopy (DBS) with a variable-energy positron beam. Irradiation causes destruction of interfaces when the thickness of individual layers is less than 25 nm. However, there is no significant increase in the defect level. The S parameter (amount of open volume defects) before and after irradiation remains practically unchanged. After irradiating NMC Zr/Nb with 50 and 100 nm thick layers, the microstructure remains unchanged and the S parameter is significantly reduced.

Key words: nanoscale multilayer coatings; H^+ irradiation; positron annihilation; radiation defects

Введение

Структурные материалы, способные выдерживать высокие дозы облучения, имеют большое значение для современных и перспективных ядерных энергетических систем [1]. Облучение конструкционных материалов приводит к образованию большого количества вакансий и междоузельных атомов, которые агломерируются с образованием дислокационных петель, тетраэдрических междоузлий или нанопор. Эти агломераты дефектов способствуют развитию набухания, упрочнения, аморфизации и охрупчивания, которые, в свою очередь, приводят к ускоренному разрушению материала при облучении [2]. В настоящее время разрабатываются различные подходы к повышению стойкости материалов к облучению. Теоретические исследования подтвердили способность границ зерен захватывать точечные дефекты и кластеры вакансий, вызванные каскадным выбиванием, как в ГЦК, так и в ОЦК металлах. Большинство границ зерен и интерфейсов являются эффективными поглотителями точечных дефектов [3]. Многослойные функционально-градиентные покрытия с различными кристаллическими структурами считаются потенциальными материалами с высокой устойчивостью к радиационным дефектам, поскольку дефекты вакансионного типа и междоузельные атомы рекомбинируют на границах раздела [4]. Исходя из этой концепции, металлы с различными кристаллическими структурами (ОЦК, ГЦК и ГПУ) рассматриваются для изготовления многослойных наноразмерных покрытий (НМП) с высокой радиационной стойкостью.

Исследования наноразмерных многослойных покрытий показали, что некогерентные и полукогерентные интерфейсы также являются источником точечных дефектов. Более того, развитые интерфейсы (а также дислокации и дефекты вакансионного типа) также оказывают существенное влияние на основные физические свойства металлических материалов. В таких многослойных нанокompозитах образуется значительно меньше дефектов по сравнению с однослойными покрытиями при одинаковых условиях ионной бомбардировки. Однако некогерентные и полукогерентные нанокompозитные интерфейсы с различными кристаллографическими ориентациями, составом и структурой, вероятно, будут иметь различную эффективность поглощения.

Целью данной работы является экспериментальное исследование изменения дефектной структуры наноразмерных многослойных покрытий с чередующимися слоями Zr и Nb после облучения протонами.

Экспериментальная часть

Образцы наноразмерных многослойных покрытий (НМП) с чередующимися слоями Zr и Nb были изготовлены методом магнетронного распыления на специализированной установке, разработанной в Исследовательском центре им Б.П. Вайнберга Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). Подложки монокристаллического кремния с ориентацией (111) закреплялись в экспериментальной камере с помощью системы осевого вращения. Было подготовлено несколько серий образцов НМП Zr/Nb с чередующимися толщинами слоев 10 нм (ZrNb10), 25 нм (ZrNb25), 50 нм (ZrNb50) и 100 нм (ZrNb100). Общая толщина покрытия для всех образцов составила $1,1 \pm 0,2$ мкм. НМП Zr/Nb облучали квазиперпендикулярным пучком протонов с энергией 1720 кэВ на электростатическом ускорителе Ван де Граафа ЭГ-5 в лаборатории нейтронной физики (Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия); доза облучения составляла $3,4 \cdot 10^{15}$ ионов/см². Послойный анализ структурных дефектов проводился методом доплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ) с использованием позитронного пучка переменной энергии в ОИЯИ, г. Дубна, Россия. Использовался моноэнергетический позитронный пучок диаметром 5 мм и интенсивностью 10^6 с⁻¹. Диапазон энергий имплантируемых позитронов составлял от 0,1 кэВ до 30 кэВ.

Результаты

На рис. 1 показана зависимость относительных параметров S/S_0 и W/W_0 от энергии позитронов для НМП Zr/Nb после облучения протонами, где S_0 и W_0 - параметры до облучения, а S и W - параметры после облучения.

В результате анализа рисунка можно резюмировать следующее, когда толщина отдельного слоя была значительно меньше средней диффузионной длины, которая в наноматериалах обычно сопоставима с размером нанокристаллов ($\sim 32 \pm 15$ нм в данном случае), позитроны преимущественно аннигилировали в циркониевых подрешетках. Это связано с большим сродством циркония к позитронам, а также с наличием областей пониженной электронной плотности на границе раздела со стороны циркония. Поэтому значения параметров S/S_0 и W/W_0 , близкие к единице, были аналогичны Zr для НМП даже при низких энергиях позитронов. Как видно, облучение протонами не привело к увеличению S и уменьшению W параметров в НМП Zr/Nb с толщинами отдельных слоев 10 нм и 25 нм.

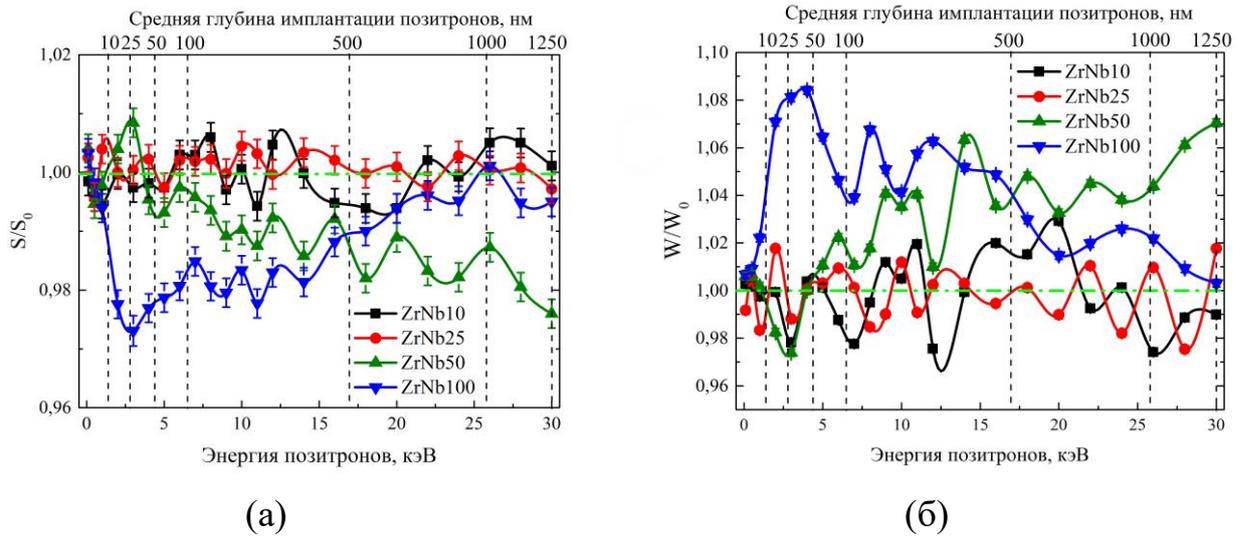


Рис. 1. Зависимость относительных параметров S и W от энергии позитронов $S/S_0 = f(E)$ (а) и $W/W_0 = f(E)$ (б) для НМП Zr/Nb после облучения протонами

Произошли лишь незначительные изменения формы параметров ДУАЛ, которые можно объяснить погрешностью эксперимента. Это свидетельствует об отсутствии структурных изменений в этих слоях. Однако такие изменения наблюдались для Zr/Nb с толщинами 50 и 100 нм. Согласно данным ДУАЛ, эти системы характеризовались более низким относительным значением S/S_0 и более высоким W/W_0 , что обычно указывает на уменьшение свободного объема в результате отжига дефектов. При этом в НМП Zr/Nb с толщиной слоя 50 нм наиболее значительные изменения происходили в более глубоких слоях ($\sim 100 \div 1000$ нм), а в НМП Zr/Nb с толщиной слоя 100 нм - в интервале глубин $\sim 10 \div 700$ нм. Физическая причина этого эффекта остается неясной и требует дальнейшего изучения. Изменения относительных параметров ДУАЛ обусловлены как микроструктурными особенностями НМП Zr/Nb, так и особенностями позитронной аннигиляции в этих системах.

Заключение

В результате изучения влияния протонного облучения на состояние дефектов были получены следующие результаты, послойный анализ методом ДУАЛ с использованием позитронного пучка переменной энергии не выявил дополнительных дефектов в НМП Zr/Nb после протонного облучения. Параметр S оставался неизменным или уменьшался.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда № 20-79-10343.

Список литературы

1. Zinkle S. J., Busby J. T. Structural materials for fission & fusion energy // Materials today. – 2009. – Vol. 12, № 11. – P. 12–19.
2. Victoria M. et al. The microstructure and associated tensile properties of irradiated fcc and bcc metals // Journal of nuclear materials. – 2000. – Vol. 276, № 1–3. – P. 114–122.
3. Zhuo M.J. et al. Interface-enhanced defect absorption between epitaxial anatase TiO₂ film and single crystal SrTiO₃ // Scripta Materialia. – 2011. – Vol. 65, № 9. – P. 807–810.
4. Ham B., Zhang X. High strength Mg/Nb nanolayer composites // Materials Science and Engineering: A. – 2011. – Vol. 528, № 4–5. – P. 2028–2033.