

**ЭФФЕКТЫ НАНОБЛИСТЕРИНГА И ФЛЕКИНГА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ TiAlN**

Комаров Ф.Ф., Константинов С.В.

*Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем
имени А.Н. Севченко», Минск, БГУ,
mymail3000@tut.by, komarovF@bsu.by*

Введение. Усовершенствование атомных реакторов и интенсификация их работы вызывает необходимость разработки и создания новых радиационно-стойких материалов. В литературе отмечалось, что повышенной стойкостью могут обладать нитридные керамики, в частности нитриды переходных металлов [1]. Эффективным путём повышения радиационной стойкости материалов является создание большого числа стоков для точечных дефектов структуры, индуцируемых облучением. Такими стоками могут являться дислокации либо границы зёрен материала. Наноструктурированный материал, имеющий большую интегральную протяжённость границ зёрен, может обладать повышенной стойкостью к облучению [2]. В этой связи актуальной является разработка наноструктурированных радиационно-стойких нитридных покрытий.

Материалы и методы исследования. Исследования проводились на образцах покрытий TiAlN, нанесённых методом сепарируемого вакуумно-дугового распыления на подложки из нержавеющей стали 12X18H10T. Толщина покрытий составила величину 5-7 мкм. Для изучения стойкости материала к радиационному облучению покрытия облучались на ускорителе лёгких ионов AN 2500 фирмы «High Voltage Engineering Europe B.V.» ионами гелия с энергией 500 кэВ, флюенсами от $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см². Далее проводился отжиг облучённых покрытий в атмосфере аргона при температуре 500 °С, время 15 мин с целью смоделировать длительную эксплуатацию в ядерном реакторе.

С целью исследования элементного состава был применён метод резерфордовского обратного рассеяния ионов гелия (POР), энергия ионов 1,3 МэВ, разрешение детектора 15 кэВ. Для обработки спектров POР использовались программные комплексы SIMNRA 6 и HEAD 6. Структура исследовалась методом рентгеноструктурного и фазового анализа на дифрактометре ДРОН-3. Изучение морфологии и топографии поверхности покрытий проводилось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего зондового микроскопа Solver P47 Pro. Также морфология поверхности изучалась оптической микроскопией, микрофотографии были получены цифровой камерой CANON.

Результаты и их обсуждения. Методом POР установлено, что концентрации титана, алюминия и азота равномерны по толщине покрытий. Наличие кислорода в покрытиях не установлено, что свидетельствует о высоком качестве полученных структур и об отсутствии крайне вредных для эксплуатационных свойств наноструктурированных тонкоплёночных покрытий оксидов.

На рисунке 1 приведены рентгеновские дифрактограммы от покрытий TiAlN до и после облучения и отжига. Установлено, что покрытие имеет сильную текстурированность типа (110). На дифрактограммах обнаружены пики, соответствующие нитриду титана, однако смещённые в область больших углов в случае покрытия TiAlN. Других фаз в покрытиях не обнаружено. Следовательно, алюминий находится в фазе твёрдого раствора. Данный факт подтверждается рассчитанными значениями параметров кристаллической решётки покрытий: 4,271 Å для TiN, 4,226 Å для TiAlN. Добавка атомов Al, имеющих атомный радиус меньший чем для атомов Ti ($r_{\text{aTi}}=1,47$ Å, $r_{\text{aAl}}=1,43$ Å [3]), вызывает уменьшение периода кристаллической решётки. По формуле Селякова-Шеррера [4] был рассчитан средний размер кристаллитов покрытий. Он составил величину 9-12 нм для TiAlN. Добавка Al способствует измельчению кристаллитов покрытия TiN, что сказывается на механических свойствах повышением микротвёрдости, пределов прочности и текучести, а также вязкости разрушения [5-7].

Как видно из рентгеновских дифрактограмм, после облучения ионами гелия не происходит заметных изменений в кристаллической структуре покрытий, кроме

эффекта измельчения кристаллитов до 8-11 нм для покрытия TiAlN. Покрытия сохраняют ГЦК решётку, параметр её уменьшается на 0,35-1,2 %, аморфная фаза отсутствует.

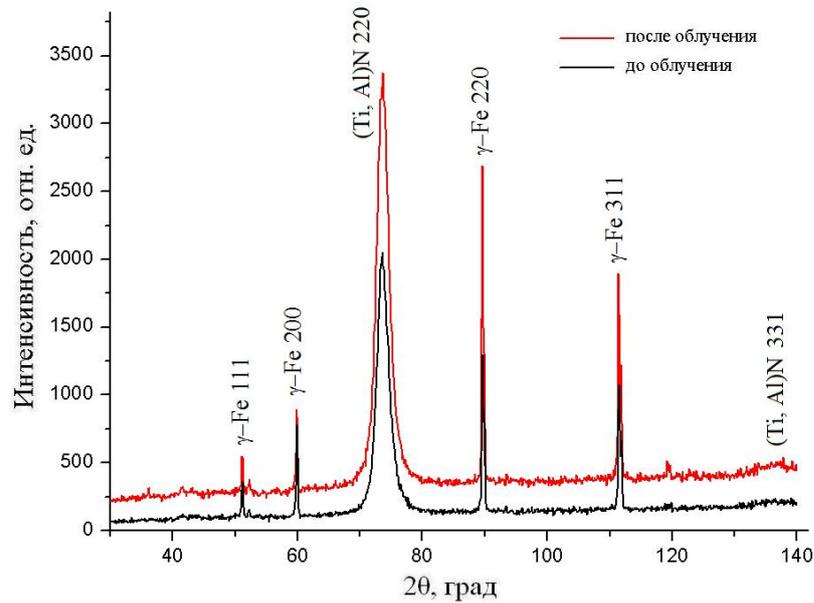


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы от покрытий TiAlN до облучения и после облучения ионами He⁺ с энергией 500 кэВ, флюенс $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига при 500 °С в течение 15 мин

На рисунке 2 представлены микрофотографии поверхности покрытий TiAlN до и после облучения ионами гелия с флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига. На фотографиях видна граница раздела между разрушенной и неразрушенной областями покрытия. Из анализа результатов АСМ, представленных на рисунке 3, следует, что разрушение покрытий под воздействием облучения (флекинг) происходит примерно до глубины среднего проецированного пробега ионов гелия ($R_p=1153$ нм) или, более строго, до глубин локализации максимума радиационно-индуцированных дефектов и имплантированной примеси на глубине 1068 нм.

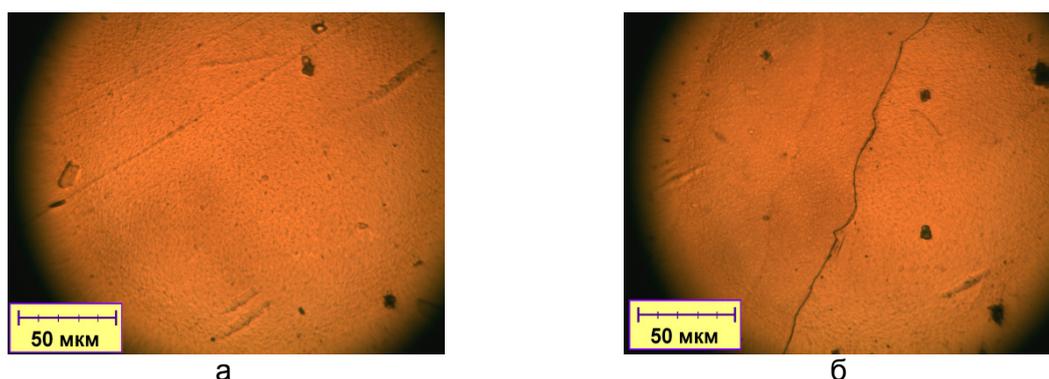


Рисунок 2 – Микрофотографии поверхности покрытий TiAlN до (а) и после облучения ионами гелия с флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига при 500 °С в течение 15 мин (б).

На этой глубине достигается максимальная концентрация внедренного гелия до 30–32 ат. %. Вероятно, там также достигается максимум концентрации наноблистеров гелия. При такой концентрации растягивающие напряжения в пленке покрытия превосходят предел прочности и происходит отшелушивание (флекинг) части покрытия, находящейся выше области локализации максимума концентрации имплантированного гелия. Флюенс более $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² ионов гелия является критическим и достаточным для разрушения наноструктурированных покрытий TiAlN. Микро- или макроблистеринга

при облучении покрытий TiAlN ионами He⁺ с энергией 500 кэВ не наблюдалось во всем диапазоне флюенсов от $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см².

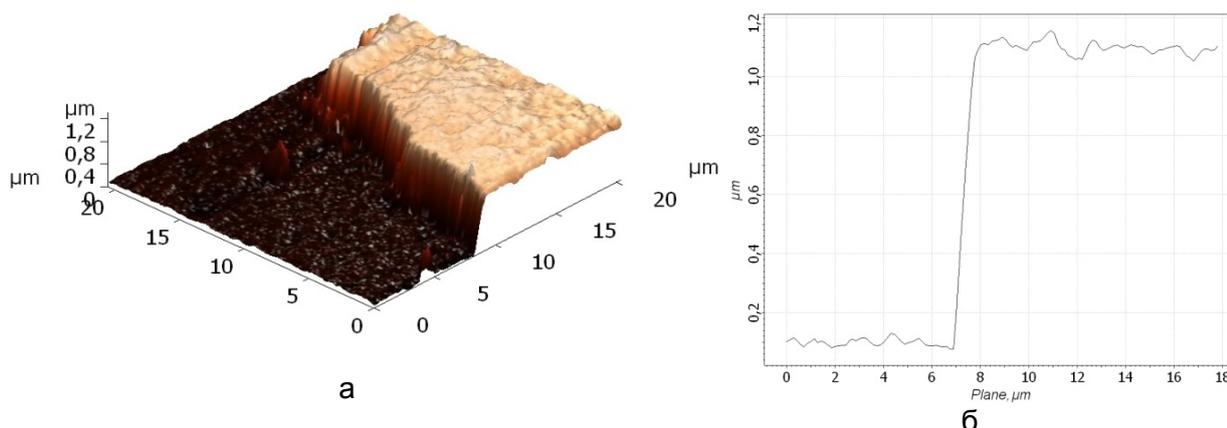


Рисунок 3 — Морфология скола на поверхности (а) и профилограмма (б) покрытия TiAlN после облучения ионами He⁺, флюенс $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига при 500 °С в течение 15 мин

Заключение. Установлено, что облучение наноструктурированных покрытий TiAlN в диапазоне флюенсов $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² – $3 \cdot 10^{17}$ ион/см² не приводит к фазовой сегрегации твердого раствора (Ti Al)N, выделения новых фаз отсутствуют, микроблестеринг также не зафиксирован. Облучение с последующим отжигом приводят к уменьшению периода кристаллической решетки фазы (Ti, Al)N покрытий на 0,35-1,2 %, а также к уменьшению среднего размера кристаллитов от 9-12 нм до 8-11 нм. При флюенсе облучения $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² происходит флекинг покрытий TiAlN до глубины среднего проецированного пробега ионов гелия ($R_p=1153$ нм). Таким образом, наноструктурированные покрытия TiAlN демонстрирует высокую радиационную стойкость и перспективны для применения на оболочках ТВЭЛов ядерных реакторов.

Литература

1. J.X. Xue, G.J. Zhang, F.F. Xu, H.B. Zhang, X.G. Wang, S.M. Peng, X.G. Long. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2013. – V. 308. – P. 62-67.
2. T.D. Shen. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2008. – V. 266. – P. 921-925.
3. Самсонов Г.В., Виноцкий И.М. Тугоплавкие соединения (справочник) 2-е изд. – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.
4. Русаков А.А. Рентгенография металлов – М.: Атомиздат, 1977. – 480 с.
5. Komarov F.F., Konstantinov S.V., Pogrebnjak A.D., Pilko V.V., Kozak C., Opielak M. // Acta Physica Polonica A. 2014. Vol. 20. P. 109-113.
6. Komarov F.F., Konstantinov S.V., Pilko V.V. // Journal of Friction and Wear. 2014. Vol. 35. № 3. P. 215-223.
7. Nanostructured Coating (Eds. A. Gavaleiro, J.T. De Hosson). – Berlin: Springer-Verlag, 2006. – 648 p.