

УДК 539.23;539.216.1

БЛИСТЕРООБРАЗОВАНИЕ В ПЛЕНКАХ НИТРИДОВ ЦИРКОНИЯ, АЛЮМИНИЯ И ХРОМА, ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ГЕЛИЯ

© 2020 г. В. В. Углов^{a, b, *}, Г. Абади^{c, *}, С. В. Злоцкий^{a, **}, И. А. Солодунин^{a, *},
А. А. Малашевич^{a, *}, А. Л. Козловский^{d, e, *}, М. В. Здоровец^{d, e, *}

^aБелорусский государственный университет, Минск, 220030 Беларусь

^bЮжно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), Челябинск, 454080 Россия

^cИнститут Pprime, Университет Пуатье, Пуатье, 186000 Франция

^dЕвразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Нур-Султан, 010008 Казахстан

^eЛаборатория физики твердого тела, Институт ядерной физики, Алматы, 050032 Казахстан

*e-mail: uglov@bsu.by

**e-mail: Zlotski@bsu.by

Поступила в редакцию 15.08.2019 г.

После доработки 17.09.2019 г.

Принята к публикации 17.09.2019 г.

Работа посвящена исследованию процессов образования блистеров в пленках ZrN, AlN, CrN, сформированных методом реактивного магнетронного распыления. Методами атомно-силовой, растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследованы морфология поверхности и микроструктура поперечных сечений моонитридных пленок после облучения ионами He (энергия 40 кэВ и дозы 3×10^{17} – 1.1×10^{18} см⁻²) при комнатной температуре. Установлены критические дозы блистерообразования для пленок ZrN (6×10^{17} см⁻²), AlN (5×10^{17} см⁻²), CrN (6×10^{17} см⁻²). Высокая плотность блистеров в пленках ZrN приводит к слиянию соседних блистеров (средний размер 0.75 мкм) и формированию больших блистеров (средний размер 1.35 мкм). Блистеры в пленках AlN имеют правильную округлую форму (средний размер 1.7 мкм). Пленки CrN (в отличие от пленок ZrN и AlN) характеризуется наличием открытых блистеров, имеющих двухуровневую структуру: верхний блистер диаметром 2–10 мкм и нижний – 1.2 мкм. Как следует из результатов, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии, облучение ионами He (40 кэВ) и последующий вакуумный отжиг исследуемых пленок приводит к формированию цепочек радиационных пор, наполненных гелием, в области проективного пробега ионов (R_p). Обнаружено формирование протяженных трещин в области R_p в ZrN, что обусловлено межпузырьковым разрушением, возникающим из-за наличия высокого избыточного давления в порах, расположенных на глубинах близких к R_p .

Ключевые слова: моонитридные покрытия, магнетронное распыление, радиационное блистерообразование, проективный пробег ионов, радиационные эффекты.

DOI: 10.31857/S1028096020040135

ВВЕДЕНИЕ

Развитие ядерных реакторов нового поколения требует создания материалов и покрытий с высокой радиационной стойкостью [1–3]. Образование блистеров (дефектов на поверхности материала в виде пузырей) при облучении ионами He является одним из наиболее важных процессов, приводящих к изменению поверхностных физико-химических свойств и потере структурной целостности материала, что в конечном итоге ухудшает характеристики самого материала [4–7]. Под действием облучения ионами He в пленках (как и в массивных материалах) формируются

блистеры из-за зарождения и роста газовой-вакансионных кластеров. Внедрение He в пленку часто приводит к росту сжимающих напряжений. Последующая релаксация напряжений может проявляться в форме расслоения (формирования трещины) в пленке, что приводит к образованию блистера или отшелушиванию (отшелушивание материала пленки без видимого деформирования поверхностного слоя) пленки [8, 9].

Существуют две модели, объясняющие блистерообразование в материалах: боковых напряжений и межпузырькового разрушения. В моделях боковых напряжений образование пузырей объясняется проникновением атомов газа и со-

зданием межузельных атомов, вакансий, изменением параметров решетки и формированием неупорядоченной структуры вблизи поверхности, что вызывает боковые напряжения в имплантированной области [10, 11]. Снятие этих напряжений при расширении blisterной крышки создает разрыв в металле, соответствующем пузырьковой полости.

Вторая модель, основанная на давлении газа, предполагает, что инициирование образования пузырей начинается с создания разрыва на глубине, которая соответствует максимальной концентрации имплантированных атомов. Этот разрыв объясняется чрезмерным ростом больших пузырьков газа, вызванным либо объединением гелий-вакансионных кластеров, либо слиянием небольших пузырьков [12, 13]. Образование blisterов становится возможным благодаря тому, что гелий и вакансии объединяются в пузырьки и имеют тенденцию образовывать большие полости, параллельные поверхности.

Настоящая работа посвящена исследованию процесса образования blisterов в пленках ZrN, AlN, CrN, облученных ионами He (энергия 40 кэВ и дозы 5×10^{17} – 1.1×10^{18} см⁻²) при комнатной температуре.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Покрyтия ZrN, AlN, CrN осаждались методом магнетронного осаждения в вакуумной камере (базовое давление $< 10^{-5}$ Па), оборудованной катодами (Zr, Al, Cr) и криогенным насосом (максимальная скорость откачки – 500 л/с). Пленки формировались при распылении мишеней из Zr, Al, Cr при температурах 300, 300, 450°C, соответственно, на подложки монокристаллического Si (100) с термически выращенным слоем SiO₂ толщиной 10 нм. В процессе осаждения к подложке прикладывали постоянное напряжение смещения –60 В. Подложка вращалась со скоростью 15 об./мин в течение всего осаждения, чтобы обеспечить равномерную толщину покрытия.

Водоохлаждаемые мишени из Zr, Al, Cr диаметром 7.62 см, располагались на расстоянии 18 см от держателя подложки. Осаждение покрытий происходило в атмосфере Ar + N₂. Мишень Zr распылялась в режиме несбалансированной конфигурации магнитного поля с использованием источника постоянного тока. Особое внимание уделялось контролю состояния поверхности объекта перед началом осаждения с использованием многоэтапной процедуры очистки мишени. Парциальное давление N₂ измерялось и контролировалось во время осаждения с помощью масс-спектрометра MKS Microvision.

Исследуемые образцы облучались ионами He²⁺ с энергией ионов 40 кэВ и интегральными

дозами от 3×10^{17} до 1.1×10^{18} см⁻². Энергетические параметры облучения были выбраны таким образом, чтобы глубина распределения имплантированных примесей He, рассчитанная по программе SRIM, не превышала толщины покрытия.

Дополнительно пленки моонитридов были облучены He²⁺ с энергией ионов 40 кэВ, интегральной дозой 8×10^{17} см⁻² и отожжены в вакууме (2×10^{-4} Па) при 800°C в течение 2-х часов в кварцевой трубчатой печи. Температура отжига (800°C) была выбрана из тех соображений, что она составляет 1/3 температуры плавления ZrN и AlN.

Морфология поверхности облученных пленок изучалась методом растровой электронной микроскопии (РЭМ), при этом использовали сканирующий электронный микроскоп LEO 1455 VP, и атомно-силовой микроскопии (АСМ) на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro.

Микроструктура поперечных сечений осажденных покрытий исследовалась с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ) с использованием микроскопа JEOL JEM 2100, работающего при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы для анализа с помощью ПЭМ готовили с использованием методики сфокусированного ионного пучка (FIB) на приборе FEI Helios Nanolab 650.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рентгеноструктурный анализ показал, что полученные методом реактивного магнетронного распыления моонитридные покрытия (ZrN, CrN, AlN) обладают поликристаллической структурой, их фазовый состав характеризуется наличием кристаллических фаз ZrN, CrN, AlN с преимущественной ориентацией (111), (200), (002) соответственно. Результаты фазового состава, аналогичные полученным, также представлены в работах [14–16]. Результаты элементного анализа выявили, что состав моонитридных пленок близок к стехиометрическому (Zr – 44.3 ат. % и N – 55.7 ат. % для ZrN, Al – 43.6 ат. % и N – 56.4 ат. % для AlN, Cr – 54.6 ат. % и N – 45.4 ат. % для CrN).

Пленки моонитридов ZrN, AlN и CrN облучались ионами He (40 кэВ) в диапазоне доз от 3×10^{17} до 1.1×10^{18} см⁻². Типичные расчетные концентрационные профили имплантированного He и повреждающей дозы для CrN и ZrN представлены на рис. 1а, 1в. Средний проективный пробег He в моонитридах ZrN, AlN и CrN составил 158 ± 58 , 267 ± 53 и 165 ± 51 нм соответственно.

Радиационная эрозия пленок моонитридов ZrN, AlN и CrN, облученных ионами He (40 кэВ), исследовалась методом РЭМ. Обнаружено, что облучение дозами до 5×10^{17} см⁻² не приводит к радиационной эрозии поверхности моонитри-

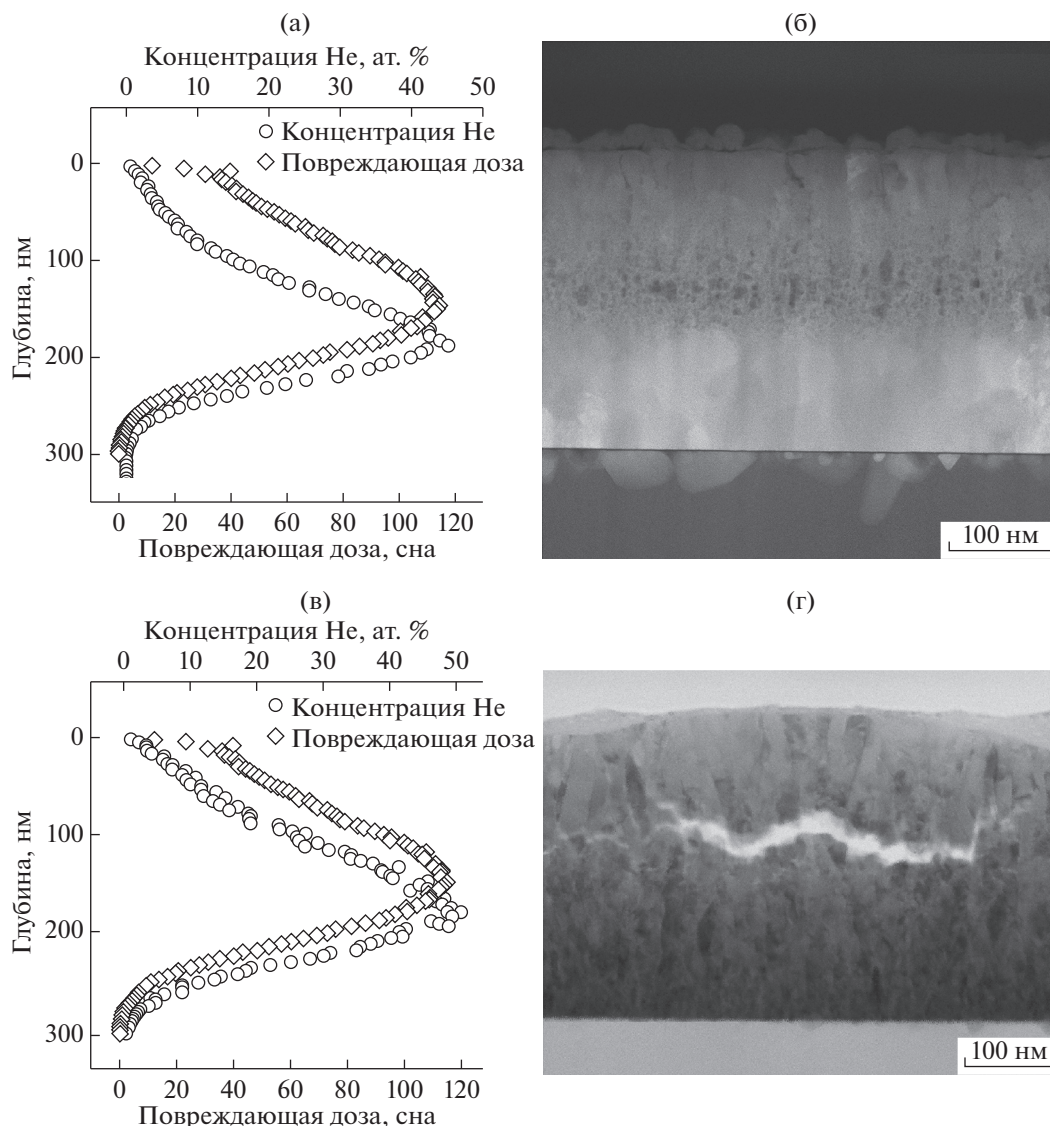


Рис. 1. Профили распределения имплантированного He и повреждающей дозы в пленках CrN (а) и ZrN (в). ПЭМ-изображения поперечного сечения пленок CrN (б) и ZrN (г), облученных ионами He (40 кэВ, $8 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) и отожженных при температуре 800°C.

дов. На рис. 2 представлены РЭМ-изображения поверхности пленок мононитридов, облученных ионами He дозами 5×10^{17} и $6 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Видно, что на поверхности сформировались закрытые и открытые блистеры.

Анализ данных РЭМ-исследований пленок мононитридов, облученных ионами He (40 кэВ) в диапазоне доз от 3×10^{17} до $1.1 \times 10^{18} \text{ см}^{-2}$, позволил экспериментально установить критические дозы блистерообразования (дозы, при которых начинается радиационная эрозия поверхности), составляющие $6 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ для пленок ZrN и CrN и $5 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ для пленки AlN. Из рис. 2 видно, что есть существенные различия в особенностях блистерообразования для различных типов моно-

нитридных пленок. В случае пленок ZrN и AlN, наблюдаются закрытые блистеры (рис. 2а, 2б). На поверхности пленок AlN видны трещины, возникающие из-за превышения давления в полости блистера над пределом прочности AlN-пленки.

Оценка плотности блистеров на поверхности пленок ZrN и AlN показывает, что значение плотности блистеров для пленок ZrN ($5.3 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$) превышает значения для пленок AlN ($1.3 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$). Как видно из рис. 1а, наличие высокой плотности блистеров в пленках ZrN приводит к слиянию соседних малых блистеров (средний размер составляет 0.75 мкм) и формированию нового большого блистера (средний размер составляет 1.35 мкм), обладающего неправильной формой. Таким об-

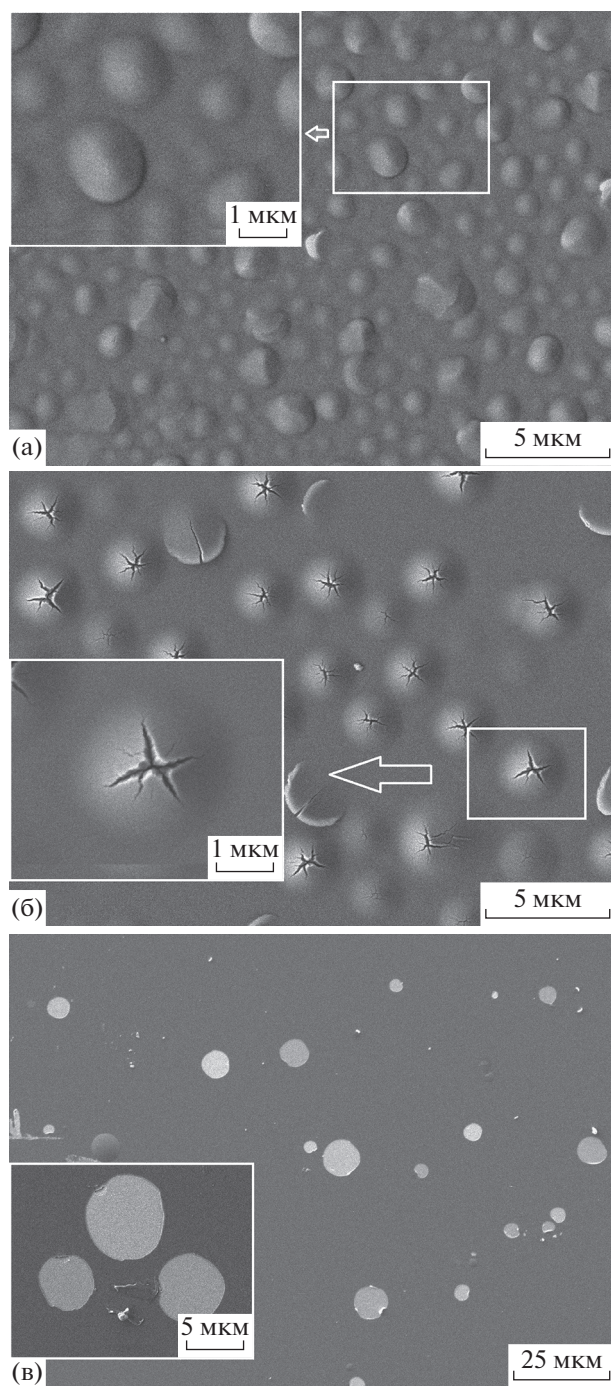


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхности пленок ZrN (а), AlN (б) и CrN (в), облученных ионами He (40 кэВ) дозами 5×10^{17} (б) и 6×10^{17} см⁻² (а, в). На вставках РЭМ-изображения поверхности пленок при большем увеличении.

разом, на поверхности пленок ZrN образуются две группы блистеров: маленькие и большие. Блистеры в пленках AlN имеют правильную округлую форму (средний размер составляет 1.7 мкм).

В отличие от пленок ZrN и AlN на поверхности CrN присутствуют в основном вскрытые блистеры, а также небольшое количество закрытых (рис. 2б). Размеры блистеров составляют от 2 до 10 мкм, что значительно превышает значения для моонитридных пленок ZrN и AlN. На рис. 3 представлены АСМ-изображения поверхности пленки CrN, а также ее профиль. Согласно данным РЭМ и АСМ на поверхности CrN наблюдаются крупные открытые блистеры, преимущественно на границе которых присутствуют малые блистеры диаметром 1.2 мкм (рис. 2в и 3а). Глубина большого блистера составляет около 75 нм, а малого 110–150 нм. Суммарная глубина блистеров сопоставима с R_p (190 нм). Формирование данной структуры блистеров, по-видимому, связано с неоднородностью распределения хрома в пленке CrN по глубине. Это приводит к формированию более хрупкого, по сравнению с основной пленкой, приповерхностного слоя. В результате облучения ионами He в пленке на глубине R_p формируется газовая пора с избыточным давлением диаметром 1.2 мкм, что коррелирует с глубиной ионного пробега He. В процессе формирования блистера (выпучивания поверхности) механизм эрозии меняется на отшелушивание слоя толщиной 75 нм (поверхностный слой более хрупкий) с объединением с малым блистером [17]. Объединение блистеров формирует большой блистер, крышка которого разрушается по механизму (периферийный разрыв), характерному для хрупких материалов.

Высокая плотность блистеров в моонитридных пленках ZrN и AlN, по-видимому, связана с низкой подвижностью радиационно-формируемых гелий-вакансионных кластеров, что приводит к высокой плотности газовых пор на глубине ионного пробега He. Для CrN-пленки подвижность дефектов выше, что наряду с переменным структурно-фазовым состоянием у поверхности и в глубине пленки, приводит к “размазыванию” цепочки пор перпендикулярно поверхности пленки (как видно на рис. 1б).

Для оценки радиационной стойкости моонитридных пленок была рассчитана эрозия их поверхности (как отношение площади, занимаемой блистерами к площади поверхности пленки) от дозы облучения (рис. 4).

Как показано на рис. 4, при увеличении дозы облучения наблюдается тенденция роста степени эрозии поверхности в моонитридной пленке CrN. При этом для данного моонитрида эрозия поверхности значительно меньше, чем для ZrN и AlN. В пленках AlN рост эрозии поверхности происходит до дозы облучения 6×10^{17} см⁻², при дальнейшем увеличении дозы облучения эрозия поверхности не увеличивается. Степень эрозии поверхности пленок ZrN практически не изменя-

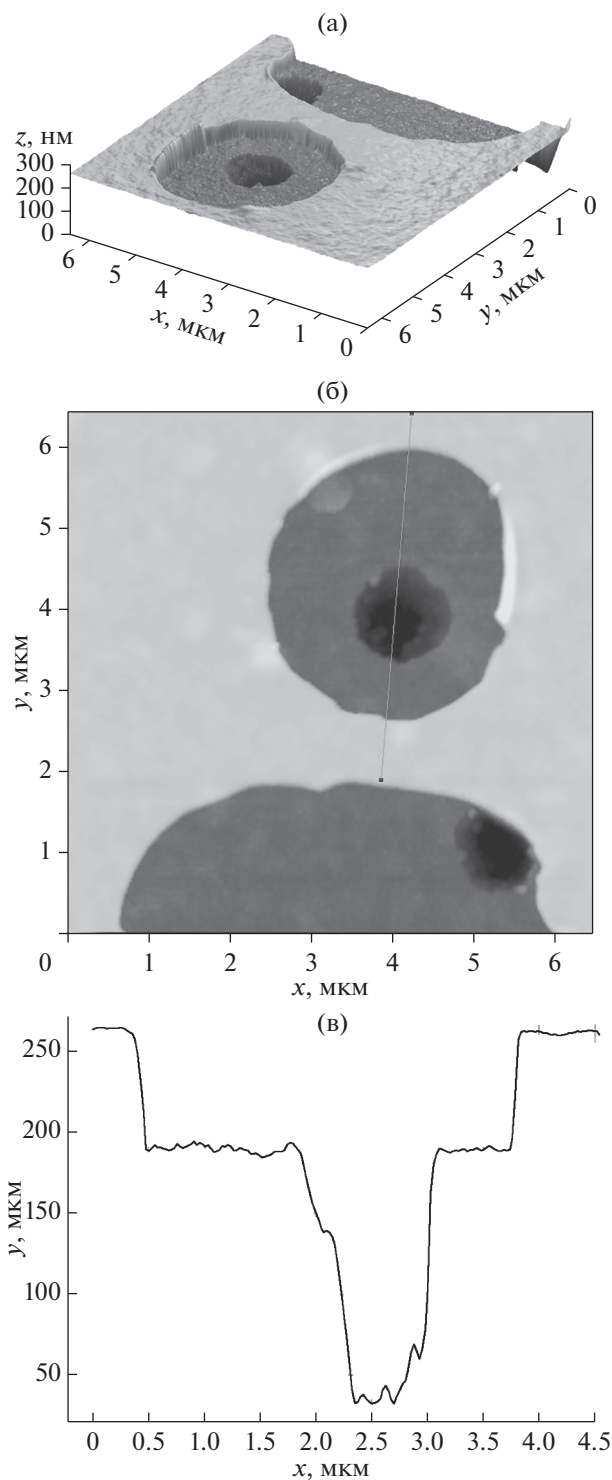


Рис. 3. АСМ-изображения поверхности пленки CrN, облученной ионами He (40 кэВ) дозой $6 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$: а – 3D-изображение, б – 2D-изображение, в – профиль линии распределения, указанной на 2D-изображении.

ется и остается большой (около 91%). Увеличение степени эрозии поверхности связано с формированием дополнительных пузырьков с избыточным давлением, между которыми в последующем

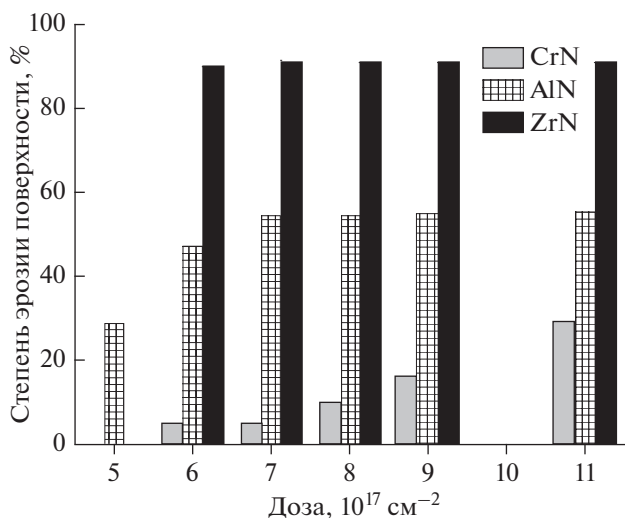


Рис. 4. Зависимость степени эрозии поверхности монокристаллических пленок от дозы облучения ионами He (40 кэВ).

происходит межпузырьковое разрушение с образованием газовой полости, приводящее к образованию новых блистеров на поверхности пленок. При этом в случае высокой плотности блистеров, когда расстояние между блистерами соответствует его диаметру, дальнейшее формирование новых блистеров невозможно из-за поглощения существующими порами формирующихся гелий-вакансионных кластеров.

Увеличение дозы облучения также приводит к увеличению числа больших блистеров в пленках ZrN, что связано со слиянием близлежащих блистеров. При этом увеличение размеров блистеров не наблюдается, рост дозы облучения и соответственно давления в блистерах приводит к их разрушению (формированию трещин на крышке блистера) при дозе облучения $7 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Увеличение дозы облучения также не приводит к росту размеров зерен в CrN-пленках из-за того, что уже при дозе $5 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ крышка блистеров разрушается (рис. 2в). Рост среднего диаметра блистера от 1.8 до 2.3 мкм с дозой облучения выявлен только для пленки AlN и коррелирует с увеличением степени эрозии поверхности монокристалла.

Результаты просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) поперечных сечений пленок ZrN и CrN с соответствующими для них распределениями концентрации He по глубине пленки, рассчитанные с помощью SRIM-2008, представлены на рис. 1.

Микроскопические исследования поперечного сечения пленок CrN и ZrN проводились для систем, последовательно облученных ионами He (40 кэВ, доза $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$) и отожженных в вакуу-

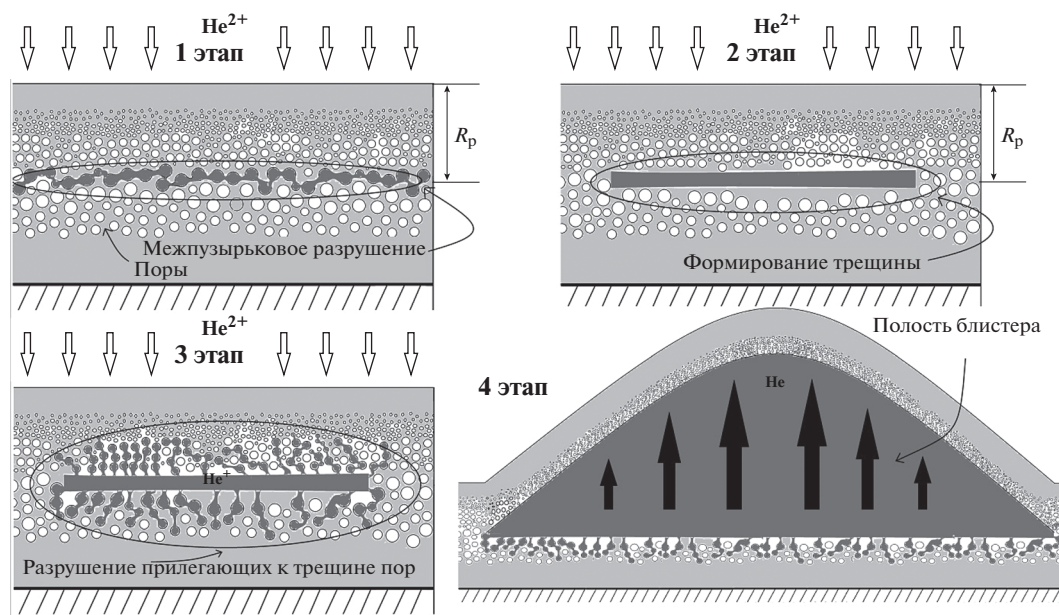


Рис. 5. Этапы формирования блистеров в пленках, облученных ионами He.

ме при температуре 600°C . Отжиг проводился для ускорения процессов формирования газовых пор.

Результаты ПЭМ-исследований, представленные на рис. 1б, указывают на то, что облучение ионами He пленок CrN приводит к формированию пор, наполненных гелием. Видно, что диаметр радиационных пор растет по мере приближения глубины пленки к зоне R_p , и эта область формирования пор составляет около 150 нм. Результаты распределения концентрации He по глубине облученной пленки, рассчитанные из SRIM-2008, показывают, что наибольший диаметр радиационных пор находится в области R_p , что свидетельствует о наличии избыточного давления газа в порах, находящихся в данной области.

На основании результатов, представленных выше, можно предположить, что, формирование протяженных трещин в области R_p (рис. 1г) обусловлено межпузырьковым разрушением, возникающим из-за наличия высокого избыточного давления в порах, расположенных на глубинах, близких к R_p .

Механизм межпузырькового разрушения впервые был предложен Эвансов и описан в работе [13]. В соответствии с данным механизмом, блистреобразование включает в себя несколько этапов. Этапы развития блистера в соответствии с механизмом межпузырькового разрушения Эванса представлены на рис. 5.

На первом этапе внедрение He приводит к образованию множества пузырьков избыточного давления. При некоторой критической дозе He и некоторой критической глубине от поверхности

слой пузырьков может иметь достаточное давление, чтобы слиться из-за разрушения между пузырьками и создать внутреннюю трещину. Предполагается, что давления пузырьков изменяются в широком диапазоне с максимумом, возникающим в слое R_p , где значение внутреннего давления равно тому, которое требуется для межпузырькового разрушения. Данное утверждение подтверждается результатами ПЭМ, представленными на рис. 1г.

На втором этапе, созданное в области трещины результирующее растягивающее напряжение будет направлено в направлении, перпендикулярном плоскости трещины, и, следовательно, будет стремиться расширить эту плоскость.

На третьем этапе, если избыточное давление пузырьков в прилегающих к трещине слоях значительно выше давления в трещине, то, возможно, эта разница будет достаточно большой для разрушения каждого отдельного пузыря в трещину, по сути, каждый пузырь будет действовать как "микроблистер". Общим результатом будет расширение трещины за счет увеличения в ней избыточного давления. Данный процесс может повторяться и включать несколько прилегающих к трещине слоев пузырьков. Процесс остановится, когда разность давлений между газом в трещине и газом в пузырьках, примыкающих к трещине, будет недостаточным для образования микроблистеров.

На четвертом этапе, пока этот процесс "разархивирования" (3 этап) слоев пузырьков продолжается, давления в трещине может быть доста-

точно, чтобы начать деформировать слой материала над трещиной.

Формирование блистеров в моноснитридных пленках ZrN, CrN и AlN хорошо описывается в рамках модели межпузырькового разрушения.

Современные исследования образования блистеров в облученных ионами материалах показывают, что образование микротрещины-полости возможно за счет объединения (коалесценции) пузырьков и развития межпузырьковой трещины. Последующее разрушение поверхностного слоя осуществляется под действием давления газа внутри полости при наличии внутренних сжимающих напряжений, возникающих в имплантированном слое, и стабилизирующих движение трещины [18]. Эволюция этого подхода прошла путем разработки и объединения моделей боковых напряжений, газового давления и межпузырькового разрушения.

Таким образом, блистеринг является результатом совместного действия микронапряжений, обусловленных избыточным давлением газа в пузырьках, и боковых сжимающих микронапряжений из-за распухания облученного слоя, причем определяющую роль играет давление газа. Зародышами блистеров являются наноразмерные (диаметром 1–4 нм) газовые пузырьки с повышенным давлением, объединяющиеся в газовые полости. Механизм объединения пузырьков (коалесценция или образование межпузырьковой трещины) зависит от температуры облучения и механических свойств материала [18].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Облучение ионами He (40 кэВ) моноснитридов приводит к формированию закрытых блистеров в пленках AlN и ZrN при дозах 5×10^{17} и 6×10^{17} см⁻² и двухуровневых вскрытых блистеров в пленке CrN при дозе 6×10^{17} см⁻².

Высокая плотность блистеров в пленках ZrN приводит к слиянию соседних блистеров (средний размер 0.75 мкм) и формированию больших блистеров (средний размер 1.35 мкм). Блистеры в пленках AlN имеют правильную округлую форму (средний размер 1.7 мкм).

Обнаружено, что радиационная эрозия в пленках CrN (в отличие от пленок ZrN и AlN) характеризуется наличием открытых блистеров, имеющих двухуровневую структуру: верхний блистер диаметром 2–10 мкм и нижний – 1.2 мкм. Формирование двухуровневой структуры блистеров связано с распределением хрома по глубине, обуславливающим формирование хрупкого слоя у поверхности пленки. Радиационная эрозия поверхности пленок ZrN составляет 90%, пленки AlN – 29% и линейно растет до 55% (7×10^{17} см⁻²), а для CrN увеличивается от 5 до 29%, что обусловлено главным образом подвижностью гелий-вакансионных комплексов в пленках.

Выявлено формирование цепочек радиационных пор, наполненных гелием, в области R_p в пленках CrN, облученных ионами He и отожженных при 600°C. Образование протяженных трещин в области R_p в ZrN, облученном ионами He и отожженном при 600°C, также выявлено. Образование трещин обусловлено межпузырьковым разрушением, возникающим из-за наличия высокого избыточного давления в порах, расположенных на глубинах, близких к R_p .

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке Белорусского фонда фундаментальных исследований № Ф18МС-027.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zinkle S.J., Was G.S. // Acta Mater. 2013. V. 61. P. 735.
2. Uglov V.V., Abadias G., Zlotski S.V. // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron. Neutron. Tech. 2015. V. 9. № 5. P. 995.
3. Janse van Vuuren A., Neethling J.H., Skuratov V.A. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2014. V. 326. P. 19.
4. Agarwal S., Trocellier P., Serruys Y. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2014. V. 327. P. 117.
5. Zinkle S.J. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2012. V. 286. P. 4.
6. Углов В.В. Радиационные процессы и явления в твердых телах. Минск: Вышэйшая школа, 2011. С. 207.
7. Углов В.В. Радиационные процессы и явления в твердых телах. Минск: Вышэйшая школа, 2016. С. 188.
8. Liu Z.J., Jiang N., Shen Y.G., Li X.N. // Thin Solid Films. 2008. V. 516. P. 7609.
9. He M.Y., Evans A.G. // Mater. Sci. Eng. 1998. V. 245. P. 168.
10. Evans J.H. // J. Nucl. Mater. 1978. V. 76–77. P. 228.
11. EerNiss E.P., Picraux S.T. // J. Appl. Phys. 1977. V. 48(1). P. 9.
12. Wolfer W.G. // J. Nucl. Mater. 1980. V. 93–94. P. 713.
13. Evans J. H. // J. Nucl. Mater. 1977. V. 68. P. 129.
14. Abadias G., Uglov V.V., Saladukhin I.A., Zlotski S.V. et al. // Surf. & Coat. Technol. 2016. V. 308. P. 158.
15. Kuznetsova T.A., Lapitskaya V.A., Chizhik S.A., Uglov V.V. et al. // IOPConf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 443. № 012018. P. 5.
16. Siriprom W., Chananonawathorn C., Kongsriprapan S., Teanchai K. et al. // Materials Today: Proceedings. 2018. V. 5. P. 15224.
17. Kuznetsov A.S., Gleeson M.A., Bijkerk F. // J. Phys.: Condens. Matter. 2012. V. 24. P. 052203.
18. Григорьев Е.Г. Физическое материаловедение. Т. 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование / Под ред. Григорьева Е.Г., Перловича Ю.А., Соловьева Г.И., Удовского А.Л., Якушина В.Л. М.: МИФИ, 2008. 696 с.

Blister Formation in Zirconium, Aluminum and Chromium Nitride Films Irradiated with Helium Ions

V. V. Uglov^{1, 2, *}, G. Abadi^{3, *}, S. V. Zlotski^{1, **}, I. A. Solodukhin^{1, *}, A. A. Malashevich^{1, *},
A. L. Kozlovskiy^{4, 5, *}, M. V. Zdorovets^{4, 5, *}

¹Belarusian State University, Minsk, 220030 Republic of Belarus

²South Ural State University, Lenin prospect, 76, Chelyabinsk, 454080 Russia

³Prime Institute, University of Poitiers, Poitiers, 186000 France

⁴Engineering Profile Laboratory, L.N. Gumilyov Eurasian National University,
Nur-Sultan, 2, Satpayev Street, Nur-Sultan, 010008 Kazakhstan

⁵Laboratory of Solid State Physics, The Institute of Nuclear Physics, Almaty, 050032 Kazakhstan

*e-mail: uglov@bsu.by

**e-mail: Zlotski@bsu.by

The work is devoted to the study of blister formation in ZrN, AlN, CrN films formed by reactive magnetron sputtering. The surface morphology and cross-section microstructure of the mononitride films after irradiation with He ions (energy 40 keV and doses of 3×10^{17} – 1.1×10^{18} cm⁻²) at room temperature were studied using scanning, atomic-force and transmission electron microscopy. The critical doses of blistering for ZrN (6×10^{17} cm⁻²), AlN (5×10^{17} cm⁻²), CrN (6×10^{17} cm⁻²) films were determined. The high density of blisters in ZrN films leads to the merging of neighboring blisters (average size 0.75 μm) and the formation of large blisters (average size 1.35 μm). The blisters in AlN films have a regular round shape (average size 1.7 μm). CrN films are characterized by the presence of open blisters having a two-level structure: the top blister with a diameter of 2–10 μm and the bottom one – 1.2 μm. The results of the TEM studies indicate that irradiation of the films with He ions (40 keV) and subsequent vacuum annealing leads to the formation of radiation pores chains filled with helium in the R_p region. The formation of extended cracks in the region of R_p in ZrN caused by interbubble fracture due to the presence of high excess pressure in the pores located at depth close to R_p .

Keywords: mononitride coatings, magnetron sputtering, radiation blistering, projective ion range, radiation effects.