

current-voltage characteristics ($I-U$) and is applicable for arbitrary temperature measurements. Tihonov regulation method is used for the reconstruction of the trap level distribution function. The computer modeling procedure is used to control the correctness of our method: the direct task was solved first (the SCL $I-U$ characteristics is calculated after the known trap distribution date), and then followed the back procedure (the trap distribution was determined on $I-U$ characteristics). When used to calculate the $I-U$ characteristics fine correction, the modeling results prove good coincidence of the input and output distribution parameters.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Ламперт М., Марк П. Инжекционные токи в твердых телах. - М.: Мир, 1972.
2. Као К., Хуанг В. Перенос электронов в твердых телах: В 2-х т. - М.: Мир, 1984. - Т.1.
3. Mark P., Helfrich W. // J. Appl. Phys. - 1962. - 33. - №1. - P.205.
4. Sworakovski J., Pigen K. // J. Phys. Chem. Solids. - 1969. - 30. - №3. - P.419.
5. Nespurek A., Semejtek P. // Czech. J. Phys. - 1972. - B.22. - P.160.
6. Bonham J.S. // Aust. J. Chem. - 1973. - 26. - P.927.
7. Nespurek S., Sworakovski J. // J. Appl. Phys. - 1980. - 51. - №4. - P.2098.
8. Zmeskal O., Schauer F., Nespurek S. // J. Phys. C: Solid State Phys. - 1985. - 18. - P.1873.
9. Nespurek S., Sworakovski J. // Radiat. Phys. Chem. - 1990. - 36. - №1. - P.3.
10. Опанасюк А.С., Чекалов А.П. // Вісн. Сумського державного ун-ту. - 1994. - №1. - С.29.
11. Опанасюк А.С., Тыркусова Н.В., Харченко В.И., Бобров А.Н. // Вісн. Сумського державного ун-ту, 1997. - N1(7). - С.131.
12. Любчак В.О., Опанасюк А.С., Тыркусова Н.В., Харченко В.И. // УФЖ, 1999. - 44. - №6. - С. 741.
13. Nespurek S., Obrda J., Sworakovski J. // J. Phys. C: Solid State Phys. - 1978. - 46. - №1. - P.273.
14. Schauer F., Nespurek S., Zmeskal O. // J. Phys. C: Solid State Phys. - 1986. - 19. - P.7231.
15. Weisfield R.L. // J. Appl. Phys. - 1983. - 54. - №11. - P.6401.
16. Pfister J.C. // Phys. Stat. Sol. - 1974. - 24. - №1. - P.K15.
17. Райкерус П.А., Лалэко В.А. // Радиотехника и электроника, 1984. - 29. - №9. - С. 1840.
18. Muller R.S. // Solid State Electron, 1963. - 6. - N1. - P.25.
19. Верлань А.Ф., Сизиков В.С. Интегральные уравнения: методы, алгоритмы, программы. - Киев: Наукова думка, 1986. - 543 с.
20. Леонов А.С. // ДАН СССР, 1978. - 240. - №1. - С.18.

Надійшла до редколегії 2 липня 1999 р.

УДК 620.127

ВПЛИВ ОПРОМІНЮВАННЯ ПОТОКОМ ЗАРЯДЖЕНИХ ЧАСТИНОК НА СТРУКТУРНІ ПЕРЕТВОРЕННЯ ТА ДИФУЗИЙНІ ПРОЦЕСИ В ЗАХИСНИХ ПОКРИТТЯХ

О.Д. Погребняк, проф.; Н.І. Шумакова, асп.; Хворост В.А., доц.; В.С. Кишнякін*, доц.
(*Сумський державний педагогічний університет)

ВСТУП

Потужні енергетичні пучки електронів і легких іонів широко використовуються для модифікації поверхневих шарів матеріалів, осадження шарів і покриттів, легування та ін. [1,2]. Концентровані потоки енергії дозволяють формувати поверхневі шари з новими структурними властивостями. Надвисокі швидкості нагрівання або охолодження разом із високим тиском ударної хвилі дозволяють одержувати метастабільні фази, в тому числі і аморфні, властивості яких суттєво відрізняються від властивостей покриттів у рівноважному стані.

При дії потоків енергії на покриття основними факторами, які визначають фізичні процеси, є тип частинок, тривалість імпульсу, величина температури, процеси плавлення, абляції, випаровування матеріалу покриття.

У даній роботі наводяться результати дослідження впливу потужних сильноточових низькоенергетичних пучків електронів (СНПЕ) та потужних пучків іонів (ППІ) на фазовий склад покриттів, дифузійні процеси на межі окремих шарів і на межі покриття/підкладка і кристалічну структуру.

Об'єктами досліджень були покриття (Cr, Co, Ni) /П, (Cr-Co)/П, (Cr-Co)/П, Ni/П, (Co-Ni)/П (електрохімічне осадження) та плівкові матеріали (Al, Ni, Cr та сплав (Co-Ni)/П (вакуумне осадження) (П - підкладка із сталі Ст3, яка на 99,6% складається із Fe).

1 МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Підкладки розміром 15 × 22мм і товщиною 0,5 - 4 мм перед гальванічним осадженням покриття шліфувалися, полірувалися, знежирювалися, травилися та активізувалися (при вакуумній конденсації виключалися операції травлення та активізації).

Гальванічні покриття товщиною 0,5-4 мкм були одержані за таких умов:

- покриття Cr: хромовокислий електроліт, температура процесу 330К, густина струму $(4-6) \cdot 10^3 \text{ А/м}^2$;

- покриття Ni: сульфатний електроліт, температура процесу 293 - 297К, густина струму до $1 \cdot 10^2 \text{ А/м}^2$;

- покриття сплаву (Cr-Co): сульфатний електроліт, температура процесу 293-303К, густина імпульсного струму $(1,5-6,0) \cdot 10^3 \text{ А/м}^2$, $\tau_k=30\text{с}$, пауза між імпульсами 1с, концентрація Со в покритті до 45%; рН=0,5-1,0;

- покриття сплаву (Ni-Co) : сульфатний електроліт, температура процесу 293-300 К, густина струму до $3 \cdot 10^2 \text{ А/м}^2$, рН=5,0-5,6; у покритті до 40% Со.

Конденсація плівкових покриттів Al, Ni, Cr та (Ni-Co) здійснювалася у вакуумній установці ВУП -5М при тиску залишкової атмосфери $\sim 10^{-4} \text{ Па}$.

Товщина покриттів визначалася за допомогою мікроснімків шліфа поперечного перерізу і для контролю ваговим методом, а плівкових зразків - методом інтерферометрії.

Опромінення СНПЕ здійснювалося на установці «Надежда-2» із такими параметрами електронного пучка: $E = 40 \text{ кеВ}$, $q = (4,5 - 12) \cdot 10^4 \text{ Дж/м}^2$, $j = (5-25) \cdot 10^6 \text{ А/м}^2$, діаметр пучка до 5см, тривалість (τ) і частота імпульсів 2 мкс і 0,1-0,2 Гц, робочий вакуум $10^{-2} - 10^{-3} \text{ Па}$.

Опромінення ППІ (протонами) проводили на установці ETIGO-2 (Технологічний університет м.Нагаока, Японія) із такими параметрами :

$E=1,2 \text{ МеВ}$, $q = (10-25) \cdot 10^4 \text{ Дж/м}^2$, $\tau = 50 \text{ нс}$.

Фазові та структурні перетворення вивчалися рентгенографічним (ДРОН-2.0) та методом растрової мікроскопії (РЕМ -102Е).

Дифузійні процеси, розподіл елементів за товщиною покриття і підкладки вивчалися методом вторинно-іонної мас-спектроскопії (ВІМС) (МС-7201М) і у випадку плівкових матеріалів контролювалися методом оберненого резерфордівського розсіювання (РОР) із використанням іонів гелію із $E=2\text{МеВ}$. Середній розмір кристалів (L) визначався за відомим співвідношенням

$$L = \frac{0,94\lambda}{\Delta\theta_{0,5} \cos\theta}$$

де λ - довжина рентгенівського випромінювання; $\theta_{0,5}$ - кутова ширина рентгенівської лінії на висоті 0,5 (у радіанах); θ - кут дифракції.

2 РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

2.1 РАДІАЦІЙНО-СТИМУЛЬОВАНИ ПЕРЕТВОРЕННЯ В ГАЛЬВАНІЧНИХ ПОКРИТТЯХ

Нами були досліджені такі три серії зразків:

- покриття Cr, Ni і Co на сталі;
- покриття із сплаву (Cr-Co), або (Cr-Co) з проміжним шаром Ni на сталі;
- покриття із сплаву (Ni-Co) на сталі.

Рентгенографічні дослідження дали наступні результати.

Покриття Cr, Ni і Co. У неопромінених зразках (Cr, Ni)/П фіксується ОЦК -Cr або ГЦК -Ni із параметром решітки (a), дещо збільшеним порівняно з масивними зразками цих металів, тобто $(a-a_0) \cdot a_0^{-1} > 0$. Це збільшення постійної решітки пояснюється дією макронапружень розтягувального характеру, які виникають завдяки домішковим атомам із електроліту або підкладки. Аналогічне збільшення параметра решітки спостерігається в підкладці (a_s) після

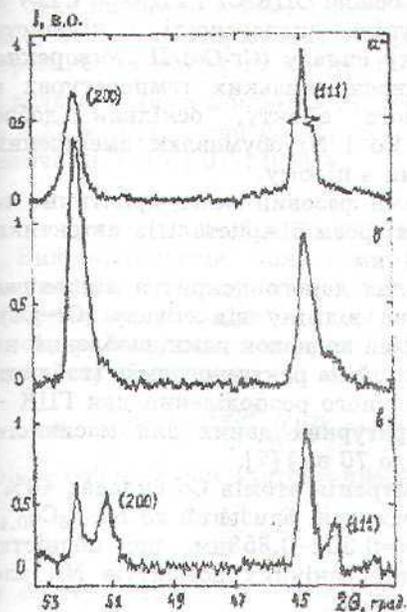


Рисунок 1 Фрагмент рентгенограми від покриття Ni: а - до опромінення; б - після опромінення електронами (перерозподіл інтенсивностей ліній (111) і (200) Ni та утворення сателітних ліній FeNi); в - після опромінення протонами (утворення інтерметаліду FeNi)

нанесення покриття (a_s'), тобто $(a_s' - a_s) \cdot a_s^{-1} > 0$. Як буде показано в підрозділі 2.4, збільшення пояснюється дифузією атомів покриття в підкладку. Подібне збільшення спостерігається при осадженні покриття Co, хоча відносно зміни параметра його решітки неможливо конкретно сказати, оскільки покриття досить дрібнодисперсне (середній розмір L , розрахований за дифракційним розширюванням однієї або двох ліній, які фіксуються рентгенографічно, складає величину менше 15нм) і розупорядковане, про що свідчить сильний фон на рентгенограмах і розмиті, малої інтенсивності лінії. На відміну від Co у покриттях Cr і Ni середній розмір кристалів дещо більший: 18 (Ni) і 22 (Cr) нм.

Після опромінення СНПЕ або ППІ фіксується приблизно на тому ж рівні зміна параметра решітки a_s , але в покриттях параметр a' зменшується, що пояснюється радіаційно-стимульованим процесом утворення вакансій, що обумовлює появу мікронапружень стискувального характеру. Крім цього, у приповерхневому шарі покриття накопичуються інші дефекти - дислокації, дефекти пакування,

двійники, що обумовлює збільшення мікротвердості (H_u), але скоріше за все, не впливає на зміну параметра решітки. Необхідно також підкреслити, що в зразках Ni/П після опромінення протонами утворюється інтерметалід FeNi (на рентгенограмах фіксується дві лінії 100 і 80% інтенсивності) з параметром ГЦК решітки $a=0,3576$ нм і $L \approx 22$ нм (рисунок 1). Після опромінення електронами інтерметалід лише починає утворюватися, і тому

на рентгенограмах фіксуються дві слабкі лінії у вигляді сателітів біля основних ліній Ni, які утворилися внаслідок розщеплення останніх (рисунк 16). Необхідно також особливо підкреслити, що дія СНПЕ та ППІ обумовлює зменшення маси покриття за рахунок його випаровування і абляції, хоча дія електронного пучка слабкіша за дію протонів (у першому випадку зменшення товщини покриття до 1 мкм, а в другому -1-1,5 мкм).

Узагальнення одержаних результатів наведено в таблиці 1. Результати дослідження структурних перетворень в покриттях Cr і Ni при відпалюванні розглянуті в нашій роботі [4].

Покриття із сплаву (Cr-Co). Рентгенофазовий аналіз вказує на те, що покриття сплаву (Cr-Co)/П трифазне і складається із евтектики ОЦК-Cr + ГЦУ-Co ($L \approx 7$ нм) і незначної кількості інтерметаліду Co_xCr_y ($L \approx 8$ нм), в якого згідно з [3] $x=0,40$, що дещо відрізняється від експериментально заданої нами концентрації атомів Co. У той же час при осадженні сплаву на проміжний шар Ni евтектика формується на основі ОЦК-Cr і ГЦК-Co ($L \approx 7-8$ нм) із незначними слідами ГЦУ-Co. Ступінь дисперсності і кількість інтерметаліду Co_xCr_y такі ж, як і у випадку сплаву (Cr-Co)/П. Утворення високотемпературної ГЦК-фази Co при відносно низьких температурах є наслідком проявлення фазового розмірного ефекту, оскільки добре кристаліграфічне спряження ГЦК решіток Co і Ni обумовлює зменшення міжфазної енергії, а значить, і енергії системи в цілому.

Після опромінення електронами і протонами фазовий склад практично не змінюється, але відбувається рекристалізація: розмір кристалітів евтектики збільшується до 20 нм, а інтерметаліду - до 14 нм.

Покриття із сплаву (Ni-Co). Фазовий склад даного покриття відповідає інтерметаліду ГЦК - Ni_xCo_y , при цьому, на відміну від сплаву (Cr-Co), евтектика ГЦК-Ni+ГЦК-Co не утворюється. Цей висновок нами зроблений на основі аналізу розподілення інтенсивностей ліній на рентгенограмах (таблиця 2), яке дуже сильно відрізняється від аналогічного розподілення для ГЦК - фаз Ni і Co (окремо або сумісно) та літературних даних для масивного сплаву Ni-Co [6] і тонких плівок (товщиною до 70 нм) [7].

Оскільки експериментально задана концентрація атомів Co складає 40%, то хімічний склад інтерметаліду, який утворюється, близький до $Ni_{0,6}Co_{0,4}$. Параметр його решітки має величину $a=0,352-0,353$ нм, що повністю відповідає параметру масивних зразків та гальванічних покриттів Ni, але розподіл інтенсивностей ліній сильно відрізняється.

У зв'язку з тим, що покриття Co фактично не має кристалічної будови, у таблиці 2 наведені дані для масивного ГЦК-Co. Із таблиці 2 видно, що після опромінення протонами у сплаві (Ni-Co) відбуваються незначні структурні зміни (ефект електронів ще слабкіший), які лише призводять до незначного перерозподілу інтенсивностей ліній у інтерметаліду Ni_xCo_y .

Контрольні експерименти показали, що аналогічні результати мають місце, якщо сплав осаджується на підшари Co, Cr, (Cr-Co). Так, наприклад, параметр ГЦК - Ni_xCo_y має такі значення: $a=0,353$ нм (підшар Co) та $0,352$ нм (підшар Cr або (Cr-Co)). При аналізі фазового складу сплаву (Ni-Co) ми також мали на увазі, що Ni може утворювати з Fe (підкладкою) твердий розчин Ni-Fe або інтерметалід NiFe, як це було нами зафіксовано у випадку покриття Ni/П, які мають ГЦК решітку і відповідно параметри $a=0,356$ нм (Міжнародний атлас, картка 12-736) і $0,359$ нм (картка 23-297). Оскільки інтенсивності ліній цих фаз відрізняються ще сильніше від одержаних нами експериментально, ми доходимо висновку, що через відносно малу кількість атомів Ni у покритті із сплаву (Ni-Co) ці фази або рентгенівськими методами

не фіксуються, або не утворюються взагалі, на відміну від товстих гальванічних покриттів Ni/П.

2.2 ПЛІВКОВІ ПОКРИТТЯ Al, Ni Cr та (Ni-Cr)

Товщина плівкових покриттів мала величину $d \leq 500$ нм. Їх фазовий склад і параметри решіток відповідають масивним зразкам (у випадку Al) або покриттям (Ni-Cr). У плівках сплаву (Ni-Cr), як і у гальванічних покриттях або тонких плівках [7], утворюється інтерметалід із параметрами решітки $a = 0,353$ нм. Оскільки товщина покриттів відносно мала, то на рентгенограмах завжди фіксувалася система ліній, які відповідали підкладці (α -Fe). Параметр її решітки має такі величини: $a'_s = 0,2869$ нм (покриття Al і Cr) і $0,2866$ нм (Ni). Після опромінення пучком електронів і протонів атоми покриття частково випаровуються або дифундують у підкладку, в результаті чого рентгеновським методом фази Al, Ni Cr та Ni_xCr_y не виявляються, але, як буде показано в наступному підрозділі, мас-спектрометрично ці елементи фіксуються. Вимірювання параметра решітки підкладки до і після опромінення вказує на ефект його зміни протилежного характеру порівняно із гальванічними покриттями, тобто $(a'_s - a_s) \cdot a_s^{-1} < 0$: -0,14% (Al); 0,07% (Ni) та 0,24% (Cr), у той час як до опромінення протонами ці зміни мають такі величини: 0,1%; 0%; 0,11%.

2.3 ПРОЦЕС УТВОРЕННЯ ВАКАНСІЙ У ПОКРИТТЯХ

Використовуючи дані рентгенівських досліджень параметрів решітки підкладки та покриття, можна оцінити концентрацію вакансій, які утворюються в покритті (відповідно в підкладці – атомів проникнення). В основу розрахунків покладена модель твердих сфер. Основні співвідношення мають такий вигляд:

$$v_0 = \frac{4}{3} \pi r^3, r = \frac{\sqrt{3} a}{4} \text{ (ОЦК решітка), або } r = \frac{\sqrt{2} a}{4} \text{ (ГЦК решітка),} \quad (1)$$

де v_0 – об'єм вакансії (атома проникнення); r – радіус атома.

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{(a')^3 - a^3}{a^3}, \quad \left(\frac{\Delta V}{V} \right)_s = \frac{(a'_s)^3 - a_s^3}{a_s^3}, \quad (2)$$

де $\Delta V/V$ і $(\Delta V/V)_s$ – зміна об'єму решітки покриття і підкладки після опромінення.

Кількість вакансій у покритті (у підкладці відповідно атомів проникнення) на елементарну комірку після опромінення електронами (e) або протонами (p) визначалася за співвідношеннями

$$n_e = |\Delta V|_e / v_0, \quad n_p = |\Delta V|_p / v_0. \quad (3)$$

Тоді $N_e = n_e N_A'$, $N_p = n_p N_A'$, де $N_{p,e}$ – число вакансій на 1 моль; $N_A' = N_A/2$ (ОЦК решітка) і $(4) N_A/4$ (ГЦК решітка); N_A – число Авогадро.

Результатами розрахунків за співвідношеннями (1-3) на прикладі гальванічних покриттів Cr та Ni і для підкладок із Ст3 після випаровування та часткової дифузії під дією протонів атомів плівкових покриттів Al, Ni та Cr, наведені в табл. 3.

Одержані результати можна узагальнити таким чином.

Оскільки знак зміни параметра решітки покриття і підкладки протилежний, а $(\Delta V)_{e,p}$ і $(\Delta V_s)_{e,p}$ мають одного порядку величину, то можна стверджувати, що в покритті утворюються вакансії за рахунок радіаційно-стимульованої дифузії атомів

Таблиця 1 - Вплив опромінення електронами і протонами на структуру і механічні властивості покриттів

Зразок	До опромінення			Опромінення електронами			Опромінення протонами		
	$a'_{s, \text{нм}}$	$a, \text{нм}$	$H_m, \text{кГ/мм}^2$	$a'_{s, \text{нм}}$	$a', \text{нм}$	$H_m, \text{кГ/мм}^2$	$a'_{s, \text{нм}}$	$a', \text{нм}$	$H_m, \text{кГ/мм}^2$
1 Cr/П	0,2868 $\Delta a_s/a_s=0,03\%$	0,2883-0,2895 $\Delta a/a_0=0,10-$ $-0,30\%$	550	0,2874 $\Delta a_s/a_s=0,2\%$	0,2880 $\Delta a/a = -(0,1-$ $-0,4)\%$	640-700	0,2869-0,2874 $\Delta a_s/a_s=0,03-$ $-0,20\%$	0,2869-0,2883 $\Delta a/a = -(0,33-$ $-0,50)\%$	558- 800
1' Cr/П відп.	-	0,2898 $\Delta a/a_0=0,40\%$	500	0,2885 $\Delta a_s/a_s=0,6\%$	0,2897 $\Delta a/a = -0,03\%$	680-730	-	-	-
2 Ni/П	0,2873-0,2875 $\Delta a_s/a_s=0,21-$ $-0,3\%$	0,2883-0,2895 $\Delta a/a_0=0,10-$ $-0,30\%$	410	0,2877 $\Delta a_s/a_s=0,07-$ $-0,15\%$	0,3525 $\Delta a/a = -(0,2-$ $-0,6)\%$ 0,3576(FeNi)	580-600	0,2875 $\Delta a_s/a_s=0,07\%$	0,3528-0,3530 $\Delta a/a = -(0,1-$ $-0,5)\%$ 0,3576 (Fe Ni)	519-600
3 (Cr-Co) /П	0,2869-0,2871 $\Delta a_s/a_s=0,07-$ $-0,10\%$	0,2887	396	-	-	-	0,2868-0,2870 $\Delta a_s/a_s=0,03-$ $-0,10\%$	0,2885 $\Delta a/a = -0,07\%$	664-750
3' (Cr- Co)/Ni /П	-	0,2888	480	-	-	-	0,2868 $\Delta a_s/a_s=0,03\%$	0,2885 $\Delta a/a = -0,1\%$	530-700
4 (Ni-Co)/П	0,287 $\Delta a_s/a_s=0,08\%$	0,3520-0,3530 (Ni _{0,8} Co _{0,4})	430	-	-	-	0,2872 $\Delta a_s/a_s=0,07\%$	0,3520 $\Delta a/a = -(0,0,25)\%$	500-600

$a_0(\text{Cr})=0,2885\text{нм}; a_0(\alpha\text{-Fe})=0,2866\text{нм}; a_0(\text{Ni})=0,3524\text{нм}; a_0(\beta\text{-Co})=0,2885 \text{ нм [5]; } a_s=0,2867\text{нм}$

у підкладку. Концентрація вакансій має значення $N=10^{22}$ моль⁻¹ (Cr) та $1,6 \cdot 10^{22}$ моль⁻¹ (Ni), або $n=0,03$, і $0,10$ вакансій на елементарну комірку відповідно, що є дуже великою величиною (наприклад, при опроміненні α -Fe приблизно в таких же експериментальних умовах концентрація точкових дефектів має величину порядку 10^{18} моль⁻¹ [2]). Але необхідно мати на увазі, що утворення дефектів у покритті або підкладці відбувається в умовах плавлення приповерхневого шару.

Крім того, можна зробити висновок, що у випадку покриття Cr /П майже всі атоми Cr дифундують в об'єм решітки СтЗ (це пояснюється близькістю атомних радіусів та однотипністю кристалічних решіток). У випадку покриття Ni/П лише 37% атомів Ni дифундують в решітку, а решта - 63% - на межі зерен, утворюють інтерметалід і т.п. В умовах нашого експерименту дія електронного пучка, на перший погляд, більш ефективна порівняно із протонами (наприклад, для Ni $\Delta V_e/\Delta V_p \approx 1,75$), хоча, скоріше всього, під дією протонів випаровується більша маса покриття і дифузія атомів покриття іде на більшу глибину, що обумовлює утворення меншої кількості вакансій.

2.4 ПЕРЕМІШУВАННЯ ЕЛЕМЕНТІВ І ДИФУЗИЙНІ ПРОЦЕСИ

Згідно з [1] при опроміненні СНПЕ або ППІ в покриттях протікають різні фізичні процеси: розпилення атомів, їх каскадне перемішування, радіаційно-стимульована дифузія, явище термічного піку та ін. Проведені нами мас-спектроскопічні дослідження вказують на те, що усі названі процеси мають місце при опроміненні пучком електронів або протонів.

Фіксуючи відносну зміну інтенсивності ліній маспектрів вторинних іонів від покриття і підкладки і аналізуючи в комплексі з методом РОР, можна вивчати процеси перемішування та дифузії після опромінення протонами і електронами. Деякі попередні результати таких досліджень наведені в роботі [8], але в цій роботі відсутні результати зміни елементного складу з глибиною зразка.

У гальванічному покритті Cr/П до опромінення відношення інтенсивності ліній ізотопу $^{52}\text{Cr}^+$ до $^{56}\text{Fe}^+$ (це найбільш розповсюджені ізотопи) складає величину 260, а після опромінення пучком протонів, у результаті чого випаровується до 90% покриття, вказане відношення стає 0,47. При шаровому травленні зразка іонами Ar^+ концентрація атомів Cr зменшується. Аналогічні результати одержані і у випадку покриття Ni.

Дослідження плівкових систем (Cr-Co)/П і (Cr-Co)/Ni/П дали такі результати.

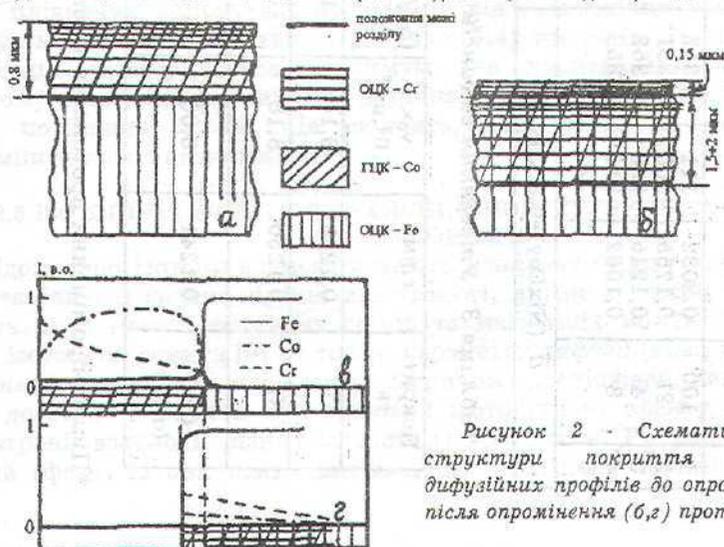


Рисунок 2 - Схематичне зображення структури покриття (Cr-Co)/П та дифузійних профілів до опромінення (а,в) та після опромінення (б,г) протонами

Виходячи із мас-спектрів від цих зразків, концентрація атомів Cr до опромінення зменшується по мірі травлення покриття первинними іонами, в той час як концентрація атомів Co майже не змінюється.

Таблиця 2 - Результати рентгенографічного аналізу покриття із сплаву (Ni-Co)

	Експериментальні дані									Табличні дані [5]			
	неопроміннений сплав				опроміннений сплав			неопроміннений Ni			I, в.о	d, нм	a, нм
	I, в.о	d, нм	hkl	a, нм	I, в.о	d, нм	a, нм	I, в.о	d, нм	a, нм			
1	100	0,2032	111	0,352	100	0,2042	0,354	100	0,2040	0,353	100	0,204	0,353
2	21	0,1755	200	0,351	15	0,1758	0,352	33	0,1768	0,354	44	0,177	0,354
3	4	0,1245	220	0,352	9	0,1242	0,351	90	0,1243	0,353	22	0,125	0,354
4	8	0,1062	311	0,352	12,5	0,1062	0,352	-	-	-	22	0,07	0,353
5	-	-	222	-	9	0,1017	0,352	-	-	-	5	0,102	0,354
\bar{a} (Ni _x Co _y)=0,352нм				\bar{a} (Ni _x Co _y)=0,352нм			\bar{a} (Ni)=0,353нм			\bar{a} (Co)=0,354нм			

Таблиця 3 - Утворення вакансій після опромінення електронами і протонами

Покриття	r, нм	$v_0 \times 10^3, \text{нм}^3$	$(\Delta V/V)_e, \%$	$(\Delta V/V)_{se}, \%$	$(\Delta V/V)_p, \%$	$(\Delta V/V)_{sp}, \%$	$(\Delta V/\Delta V_s)_e$	$(\Delta V/\Delta V_s)_p$	N_e/N_p	$N_p \cdot 10^{-22}, \text{м}^{-3}$
Cr	0,1248	8,14	-1,17	1,25	-1,09	0,42	-0,96	-2,7	1,14	-
Ni	0,1250	8,18	-1,92	1,37	-1,10	0,64	-2,7	-3,3	1,78	-
Ст 3 (α -Fe)*	0,1241	8,00	-	-0,52(Al) -0,10(Ni) -0,70(Cr)	-	-0,74(Al) -0,22(Ni) -1,00(Cr)	-	-	0,7(Al) 0,5(Ni) 0,7(Cr)	0,6(Al) 0,2(Ni) 9,0(Cr)

*Після опромінення протонами плівкових систем (Al, Ni, Cr)/П.

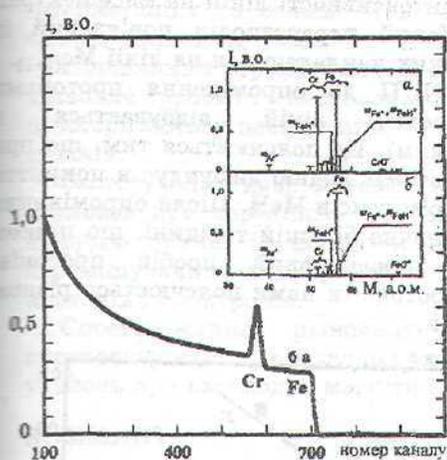


Рисунок 3 - Енергетичний спектр ROP для зразка Cr/P після опромінення протонами. На вставці: мас-спектр вторинних іонів в точках а та б

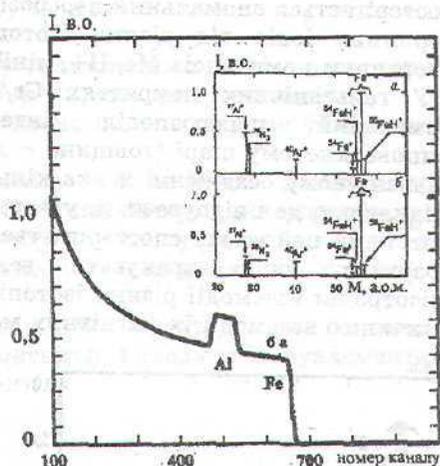


Рисунок 4 - Енергетичний спектр ROP для зразка Al/P після опромінення протонами. На вставці: мас-спектр вторинних іонів в точках а та б

В результаті цього на межі покриття/ підкладка їх концентрація більша порівняно із атомами Cr. Після опромінення ситуація змінюється на протилежну - концентрація Co на поверхні стає приблизно в чотири рази меншою порівняно з Cr. Узагальнення результатів про кристалічну будову і дифузійні процеси для системи (Cr-Co)/P наведено у вигляді рисунка 2. У зразках (Cr-Co)/Ni/P після опромінення на поверхні також фіксується дуже мало атомів Co порівняно із атомами Cr і Ni.

Аналізуючи результати мас-спектрометричних досліджень, ми робимо висновок, що у випадку Cr і Ni покриттів після опромінення відбувається переміщення атомів Cr і Fe та Ni і Fe з паралельним випаровуванням покриття і частково підкладки. Частина атомів Cr або Ni дифундують по об'єму і межах зерен на значну глибину (до 2 нм) в підкладку.

У випадку покриття із сплаву (Cr-Co) відбуваються ті самі процеси, причому дифузія атомів Cr іде більш інтенсивно порівняно із атомами Co.

У плівкових покриттях, на відміну від гальванічних, на спектрах ROP фіксується дія ударної хвилі (рисунки 3,4) протонів. На певній глибині в підкладці спостерігається максимум для концентрації атомів Cr і Al, причому в останньому випадку ширина максимуму більша приблизно в три рази порівняно із Cr. Це свідчить, що атоми Al більш інтенсивно переміщуються з атомами Fe.

2.5 ІЗОТОПІЧНІ ЕФЕКТИ В ЗАХИСНИХ ПОКРИТТЯХ ПІСЛЯ ОПРОМІНЕННЯ ПРОТОНАМИ

Відомо, що ізотопи елементів мають однакову будову електронних оболонок та близькі фізико-хімічні властивості, які не тотожні, оскільки ізотопи мають різні маси і величину спінів та магнітних моментів. Це обумовлює різні ізотопічні ефекти [9], а також параметри дифузії (див., наприклад [10]).

Аналіз результатів мас-спектрометричних досліджень, наведених у розділі 2.4, дозволяє говорити про різновид ізотопічного ефекту, який полягає в анізотропії взаємодії різних ізотопів із протонами. Рисунки 5-7 ілюструють даний ефект. Із цих даних витікає, що до і після опромінення протонами

спостерігається аномальний перерозподіл інтенсивності ліній на мас-спектрах вторинних іонів від різних ізотопів. Даний перерозподіл пов'язаний із утворенням комплексів Me_2H^+ , лінії від яких накладаються на лінії $Me_{(i+1)}$.

У гальванічних покриттях Cr/Pi і Ni/Pi до опромінення протонами аномальний перерозподіл інтенсивностей ліній відбувається в приповерхневому шарі (товщина – до 0,1 мкм). Це пояснюється тим, що при гальванічному осадженні деяка кількість атомів водню дифундує в покриття і підкладку, де і відбувається утворення комплексів MeH . Після опромінення протонами цей ефект спостерігається на значно більшій товщині, що цілком зрозуміло, якщо врахувати великий проєктивний пробіг протонів. Анізотропія взаємодії різних ізотопів із протонами нами пояснюється різною величиною взаємодії їх магнітних моментів.

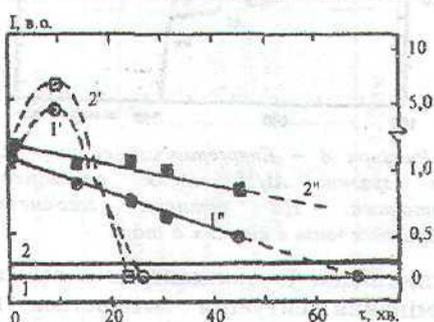


Рисунок 5 - Залежність відносної інтенсивності ліній $I(^{53}Cr^+)/I(^{52}Cr^+)$ (1-1'') та $I(^{54}Cr^+)/I(^{52}Cr^+)$ (2-2'') від часу травлення первинним пучком іонів: 1,2 - природне розповсюдження елементів; 1',2' - до опромінення; 1'',2'' - після опромінення протонами (2'' $I(^{54}Cr^+ + ^{54}Fe^+)/I(^{52}Cr^+)$)

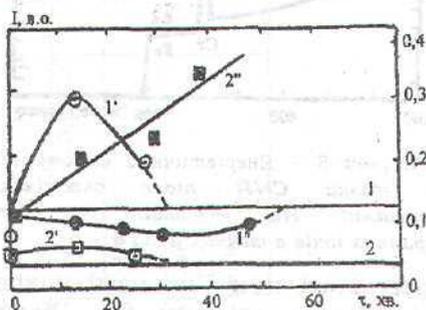


Рисунок 6 - Залежність відносної інтенсивності ліній $I(^{55}Fe^+)/I(^{56}Fe^+)$ (1-1'') та $I(^{57}Fe^+)/I(^{56}Fe^+)$ (2-2'') від часу травлення первинним пучком іонів: 1,2 - природне розповсюдження елементів; 1',2' - до опромінення; 1'',2'' - після опромінення протонами

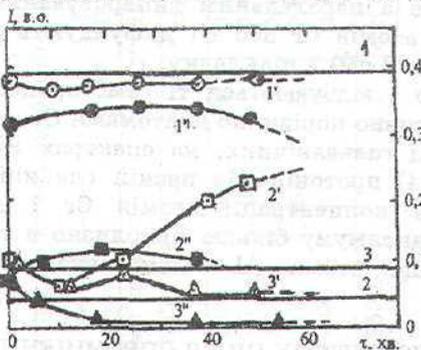


Рисунок 7 - Залежність відносної інтенсивності ліній $I(^{60}Ni^+)/I(^{58}Ni^+)$ (1-1''), $I(^{61}Ni^+)/I(^{58}Ni^+)$ (2-2'') та $I(^{62}Ni^+)/I(^{58}Ni^+)$ (3-3'') від часу травлення первинним пучком іонів: 1-3 - природне розповсюдження елементів; 1',3' - до опромінення; 1'',3'' - після опромінення протонами

3 ВИСНОВОК

Наведений комплекс результатів дозволяє говорити, що обробка поверхні покриття потоками заряджених частинок обумовлює контрольовану зміну структури і властивостей поверхневих шарів: плавлення, випаровування, утворення інтерметалідів, зміцнення, накопичення вакансій та атомів проникнення, активізація дифузійних процесів та ін.

Дія протонного пучка призводить до більш помітних змін порівняно із дією електронів: випаровування майже всього покриття, утворення

інтерметаліду на основі Ni і Fe, дифузія атомів покриття у підкладку на значно більші відстані.

Порівняння структурних процесів у гальванічних і плівкових покриттях дозволяє зробити висновок, що вони протікають аналогічно, і якщо спостерігаються певні зміни, то це пов'язано лише з різними товщинами цих зразків.

Застосування двох методів мікроаналізу POP та ВІМС дозволяє зробити висновок про кореляцію результатів. Великий інтерес викликають дані про дифузію атомів із покриття в підкладку, яка супроводжується ефектом переміщення, під сумісною дією високої температури і ударної хвилі протонів і електронів.

Спостереження різновиду ізотопічного ефекту при проникненні високоенергетичних протонів можна пояснити, виходячи із фундаментальних уявлень про взаємодію магнітних моментів.

SUMMARY

The results of structure transformation in galvanic Cr, Ni, (Co-Cr)/Ni, (Co-Ni) coatings and Cr, Al, (Co-Ni)-film coating investigations under influence of electron and proton beams is present.

The results of type different isotropic effect observe with Cr, Ni, Fe isotops and protons interaction is perform.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Чупятова Л.П., Мурзин И.Т., ПекшеваТ.Е. и др. Ионно-лучевое смешивание металлов: изменение состава поверхности // Поверхность, 1993.- №11.-С. 5-29.
2. Бойко В.И., Валеєв А.Н., Погребняк А.Д. Модификация металлических материалов импульсными мощными пучками частиц //УФН, 1999.-Т.169.- № 11.-С.1-29.
3. Ершєнкова И.Г., Захаров А.М., Олєнічева В.Г. Диаграммы состояния металлических систем (1982-83гг.). Вып.ХХVIII. -М.: ВИНТИ, 1985.Ч.1.-С.62.
4. Pogrebnyak A.D., Shumakova N.I. Effect of «duplex» tritment on changes of physical and mechanical properties of steel (0,3wt/%C) // Surf. and Coat. Tech. -1999.-V.122.-№2-3.-P.176-182.
5. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. -М.: Ф-М, 1961. -363с.
6. Ганина Н.И., Захаров А.М., Олєнічева В.Г. и др. Диаграммы состояния металлических систем (1987г.). Вып.ХХХII. - М.: ВИНТИ, 1988.-С.90.
7. Kravchenko V.A., Loboda V.B., Protsenko I.Yu. Structure and electrophysical properties of Ni-Co alloy films within 300-1300R temperature range // Functional Materials.-1999.-V.6.-№5.-P.32-36.
8. Погребняк А.Д., Перекрестов В.И., Шумакова Н.И. Влияние облучения интенсивным пучком протонов на физико-механические свойства стали с защитными покрытиями//ВАНТ, 1999.-Вып.2(10). -С.50-53.
9. Физический энциклопедический словарь. -М.: СЭ, 1983.-С.214-215.
10. Колєсова Т.В. Динамічне моделювання процесів атомної міграції в ГЦК-кристалах /Автореферат дисертації на здобуття вченого ступеня канд.фіз.-мат.наук. -Київ: ІМ НАНУ,1999.-18с.

Поступила в редколлегію 18 февраля 2000 г.

УДК 539.242.532

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬ ПЛЕНОК НИКЕЛЯ

Е.А.Белоус, асп.; С.Ф.Зелев, доц.; О.Г.Клименко, студ.; В.В. Токмань, инж.
(*АО "Selmi", г.Сумы)*

В зависимости от способов получения, условий конденсации (давление газов остаточной атмосферы, температура подложки, скорость осаждения) и толщины пленочные образцы по своим физическим свойствам отличаются от