

Використання методу анігіляції позитронів для вивчення будови діелектричних шарів

З. А. Дурягіна, доктор технічних наук, професор
В. Я. Підкова,
Р. Петчак*, професор

Національний університет «Львівська політехніка», Львів
*Інститут фізики, Ополе, Польща

Досліджено дефектність будови діелектричних шарів з оксиду магнію та нітриду алюмінію методом анігіляції позитронів. Показано можливості використання методики для оцінювання параметрів структури поверхневих шарів, нанесених на сталь 40X13 і сплав АМг2, що забезпечуватимуть потрібний рівень діелектричних властивостей.

Відомо, що методами інженерії поверхні можна керовано змінювати будову поверхневих шарів для надання їм певного функціонального призначення. В такий спосіб можна не тільки підвищувати корозіно-механічні властивості поверхні, але й синтезувати феромагнітні шари на парамагнітних матеріалах [1]. Синтезування шарів з відмінним від основи складом розширило можливості при створенні гібридних інтегральних схем, плівкових нагрівних елементів [2, 3], фотоелементів, тощо. Зокрема, у даній роботі показано, як за допомогою плівкових технологій можна створювати діелектричні шари на електропровідній металевій основі.

Властивості таких шарів залежать від їхнього хімічного складу та типу сформованої структури, зокрема, рівня її дефектності. Відомо також, що густина дефектів і характер їх розподілу у кристалічній ґратці суттєво впливає на рівень електрофізичних властивостей. Методи рентгеноструктурного аналізу дають можливість визначити густину дислокацій [4]. Електронною мікроскопією можна оцінити розподіл цих дефектів за ямками травлення [5]. Але у матеріалах присутні також точкові дефекти: вакансії, чужорідні атоми тощо. Оцінка їхнього внеску у будову поверхневих шарів традиційними методами неможлива. З огляду на це метод анігіляції позитронів є унікальною кількісною методологією, що дозволяє оцінити загальну дефектність поверхневого шару, розмір і конфігурацію вакансій та концентрацію дефектів за глибиною [6]. Традиційно цей метод використовується для оцінки дефектності мікроструктури чистих металів [6, 7]. Авторами [8] вперше показана ефективність і коректність використання цього методу для вивчення дефектності будови складних систем.

Об'єктом дослідження були діелектричні шари оксиду магнію (MgO) та нітриду алюмінію (AlN), сформовані гібридною іонно-плазмовою розрядною системою [9] на підкладках зі сталі 40X13 та сплаву АМг2 за режимами, що наведені у табл. 1.

Таблиця 1

Режими формування діелектричних шарів

Діелектричний шар		Підкладка	τ , хв	P, мм.рт.ст	E, В	I, А
MgO	режим 1	AMg2	30	$(3 \cdot 10^{-2} - 8) \cdot 10^{-3}$	-14	40
		40X13				
	режим 2	40X13	20	$(1,5 - 2) \cdot 10^{-2}$	-60	32
AlN		40X13	20	$1,5 \cdot 10^{-2}$	-40	40

Для порівняння оцінювали також рівень дефектності поверхневих шарів матеріалу у вихідному стані (без діелектричних шарів). Вимірювання часу життя позитронів здійснювали на спектрометрі типу fast-slow з роздільною здатністю 270 пс, що полягало в окресленні відхилення часу між «народженням» позитронів та їх анігіляцією. Емісія позитрону з ядра ^{22}Na супроводжувалась випромінюванням γ -квантів з енергією 1,28 МеВ. Момент анігіляції позитрону окреслювався через реєстрацію анігіляційних квантів з енергією 0,511 МеВ. Записані спектри позитронів аналізували за допомогою комп'ютерної програми Lifetime (LT), що розрізняла параметри компонентів життя позитронів, зокрема, час життя τ_i та інтенсивність I_i , де $i=1, 2, 3$. В такий спосіб проаналізовано параметри спектра часу життя позитронів для розподілів, експериментальні дані яких відповідають прийнятій моделі анігіляції (test γ^2) і є найбільш наближеними до одиниці. Детальніше методика досліджень описана у роботі [8].

Оскільки метод анігіляції позитронів дозволяє прецизійно визначити дефектність поверхневих шарів, а рівень дефектності інтенсивно відбивається на електрофізичних властивостях діелектричних шарів, проведені порівняльні дослідження шарів з оксиду магнію та нітриду алюмінію, що нанесені на різні підкладки (сталь 40X13 та сплав AMg2). Це дозволить більш опосередковано встановити оптимальну комбінацію в системах «підкладка – діелектричний шар».

Результати досліджень показали, що поверхневі шари матеріалу підкладки (AMg2, 40X13) у вихідному стані мають різний ступінь дефектності, пов'язаний з технологією виготовлення (табл. 2, 3). Це слід враховувати, аналізуючи діелектричні шари.

Встановлено, що діелектричні шари з оксиду магнію на підкладках із сталі 40X13 та сплаву AMg2 відрізняються за своєю дефектністю. Зокрема, параметр τ_m , що визначає дефектність шару, де анігілює позитрон, є найвищий для підкладки зі сплаву AMg2 – $\tau_m = (190 \pm 35,8) \cdot 10^{-3}$ ps. У той час, як на підкладці зі сталі 40X13 його значення коливаються в межах від $(119,9 \pm 25,1) \cdot 10^{-3}$ ps до $(125,3 \pm 4,2) \cdot 10^{-3}$ ps залежно від режиму формування шарів (табл. 3). З огляду на те, що для шару MgO на підкладці AMg2 $\tau_2 = (232 \pm 20) \cdot 10^{-3}$ ps та $I_2 = 64,7 \pm 5,1$ %, то в ньому, порівняно із аналогічним шаром на сталі 40X13, вакансії мають більші розміри. Скупчуючись, вони утворюють велику кількість конгломератів складної конфігурації. Це приводить до збільшення концентрації

Таблиця 2

Параметри дефектності ізоляційних шарів на сплаві АМг2

Стан поверхні зразка	Параметри					
	$\tau_1 \cdot 10^{-3}$, exp [ps]	$\tau_2 \cdot 10^{-3}$, exp [ps]	I_1 , exp [%]	I_2 , exp [%]	$\tau_m \cdot 10^{-3}$ [ps]	γ^2
Вихідна (1)	90,0 ± 15	183,3 ± 9	20,1 ± 6,4	79,9 ± 6,4	164,5 ± 27,7	1,0236
Вихідна (2)	94,0 ± 14	177,0 ± 20	53,2 ± 11,5	46,8 ± 11,5	132,8 ± 48	0,9797
MgO (режим 1)	113,0 ± 15	232,0 ± 20	35,3 ± 5,1	64,7 ± 5,1	190 ± 35,8	1,0585
AlN	74,0 ± 15	205,2 ± 6,9	33,9 ± 2,1	66,1 ± 2,1	160,7 ± 15,5	1,0019

Таблиця 3

Параметри дефектності ізоляційних шарів на сталі 40X13

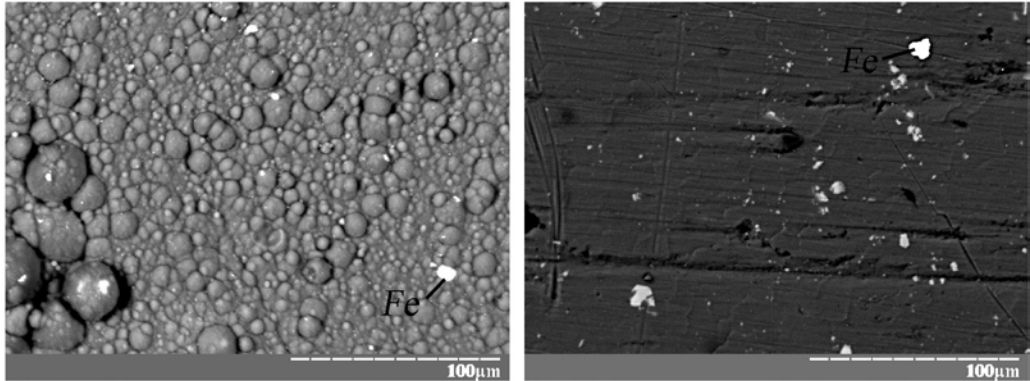
Стан поверхні зразка	Параметри					
	$\tau_1 \cdot 10^{-3}$, exp [ps]	$\tau_2 \cdot 10^{-3}$, exp [ps]	I_1 , exp [%]	I_2 , exp [%]	$\tau_m \cdot 10^{-3}$ [ps]	γ^2
Вихідна (1)	97,0 ± 17	235,0 ± 22	62,8 ± 3,4	37,2 ± 3,4	148,3 ± 30,1	1,0854
Вихідна (2)	91,0 ± 12	177,0 ± 18	52,6 ± 9,9	47,4 ± 9,9	131,8 ± 41,4	1,0541
MgO (режим 1)	72,0 ± 12,9	163,0 ± 12	47,4 ± 5,4	52,6 ± 5,4	119,9 ± 25,1	1,0512
MgO (режим 2)	27,5 ± 0,6	195,6 ± 1,4	41,8 ± 1,4	58,2 ± 1,4	125,3 ± 4,2	1,0019

точкових дефектів у діелектричному шарі. Таким чином шар оксиду магнію на сплаві АМг2 характеризується більшою дефектністю порівняно із шарами на сталі 40X13. Це пов'язано не тільки з режимом формування шарів, але й з високою дефектністю вихідної поверхні підкладки АМг2 (табл. 2). Отже, можна стверджувати, що різний ступінь підготовки вихідної поверхні підкладок суттєво змінює рівень дефектності діелектричних шарів. Контролюючи вихідний стан поверхні підкладок можна впливати на електрофізичні властивості синтезованих шарів.

Порівнюючи режими формування діелектричних шарів MgO слід зазначити, що за другим режимом (табл. 3) утворюється шар високої щільності, з дефектами невеликого розміру, що забезпечує меншу пористість. Це, в свою чергу, позитивно відбивається на діелектричних характеристиках, зокрема на напрузі пробою. Так для діелектричного шару MgO, сформованого за першим режимом, напруга пробою становить 500 В, тоді як за другим її вдалося підвищити до 750 В [2]. Отже, корегуючи режим нанесення шарів, можна також регулювати рівень їх дефектності, що дозволить одержувати вищі електрофізичні властивості при меншій товщині шару. Це позитивно відбивається під час контактної передачі тепла в процесі експлуатації плівкових нагрівних елементів. Зменшення товщини ізоляційного шару підвищує техніко-економічні показники як на стадії виготовлення, так і на стадії експлуатації виробу.

Оцінювання рівня дефектності ізоляційного шару MgO методом анігіляції позитронів корелюють із даними скануючої електронної мікроскопії.

Структура шару складається із зерен округлої форми різної дисперсності з чітко окресленими границями поділу між ними (рисунок а). Велика сумарна поверхня границь зерен збільшує загальну дефектність шару. В структурі діелектричних шарів ідентифіковані включення заліза різного розміру, що могло перенестись під час іонно-променевої обробки. Оскільки ці включення феромагнітні та мають високу тепло- та електропровідність, їх присутність знижує діелектричні властивості шару. Негативного впливу цих включень можна позбутись, дотримуючись процедури технологічного процесу, зокрема, очищаючи реакційну камеру після заміни катодів.



а

б

Топографія поверхні діелектричних шарів оксиду магнію (а) та нітриду алюмінію (б).

Під час формування діелектричних шарів AlN на сплаві АМг2 враховано режими іонно-променевої обробки, що відпрацьовані на шарі MgO (табл. 2). Це дало змогу мінімізувати пористість. Проаналізувавши параметри часу життя позитронів та інтенсивність випромінювання фотонів, виявлено, що після формування шару AlN збільшується ступінь дефектності τ_m та концентрація дефектів I_2 порівняно із вихідною поверхнею. У той же час зменшується щільність матеріалу покриття τ_1 , дещо збільшуються розміри та змінюється конфігурація розташування вакансій τ_2 . Структура шару характеризується компактною, суцільною будовою, без ознак границь поділу (рисунок б). Як і у випадку нанесення шару MgO, в структурі AlN виявлені дисперсні включення заліза.

Слід зазначити, що компактна, з невеликою дефектністю та обмеженою кількістю чужорідних включень структура діелектричних шарів нітриду алюмінію, забезпечує напругу пробою 750 В при товщині порядку 35 – 40 мкм. Отже, збільшення товщини цього шару до 60 – 70 мкм може суттєво підвищити діелектричні характеристики.

Таким чином показано, що стан вихідної поверхні впливає на загальну дефектність діелектричного шару. Для підкладки із сплаву АМг2 це проявляється в утворенні конгломератів вакансій великих розмірів, що зменшує щільність його структури. Для формування меншої дефектності шарів з оксиду магнію, що забезпечує вищі діелектричні властивості, використовується режим: $\tau = 20$ хв, $P = 1,5 \cdot 10^{-2}$, $E = -60$ В, $I = 32$ А. Встановлено оптимальний режим

формування діелектричного шару з оксиду алюмінію ($\tau = 20$ хв, $P = 1,5 \cdot 10^{-2}$, $E = -40$ В, $I = 40$ А), будова якого забезпечує високі діелектричні властивості. Показано, що методика анігіляції позитронів може бути використана як індикативний підхід оцінювання параметрів структури поверхневих шарів, що забезпечуватимуть потрібний рівень діелектричних властивостей.

Література

1. Дурягіна З.А., Беспалов С.А., Борисюк А.К. Магнітометричний аналіз поверхневих шарів сталі 12Х18Н10Т після іонно-променевого азотування. // *Металлофизика и новейшие технологии.* – 2011. – 33, 5. – С. 615 – 622.
2. Дурягіна З.А., Беспалов С.А., Підкова В.Я. Дослідження діелектричних шарів на конструкційних матеріалах, сформованих гібридною іонно-плазмовою розрядною системою. // *Металлофизика и новейшие технологии.* – 2011. – 33, 4. – С. 393 – 400.
3. Підкова В.Я., Дурягіна З.А., Беспалов С.А. Дослідження діелектричних шарів на конструкційних матеріалах, сформованих гібридною іонно-плазмовою розрядною системою. // *Тези Всеукраїнської конференції молодих вчених “Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології” (СММТ-2011).* – Київ, 2011. – С. 46.
4. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. – М.: *Металлургия*, 1970. – 107 с.
5. Грудин Б.Н., Плотников В.С., Фищенко В.К. Моделирование и анализ изображений в электронной и оптической микроскопии. – Владивосток: *Дальнаука*, 2001. – 222 с.
6. Pietrzak R., Szatanik R., Jaworska A. The influence of magnetic field on annihilation of positrons in corroded steel St-20. // *Acta physica polonica A.* – 2006. – 110. – P. 667 – 681.
7. Pietrzak R., Szatanik R., Szuszkiewicz M. Measurements of positron lifetimes in corroded nickel. // *Acta physica polonica A.* – 1999. – 95 (4). – P. 647 – 651.
8. Durjagina Z., Pietrzak R., Szczerbowski N. Wykorzystanie metody anihilacji pozytonow do badan struktury i wlasnosci defektow strukturalnych w przypowierzchniowych warstwach stali 12H17T i 12H18N10T. // *Inżynieria Powierzchni.* – 2009. – 4. – P. 46 – 50.
9. Короташ И., Одинокоев В., Павлов Г. Установка для формирования наноструктур. // *Наноиндустрия.* – 2010. – № 4. – С. 14 – 18.

Одержано 20.10.12

З. А. Дурягина, В. Я. Підкова, Р. Петчак

Использование метода аннигиляции позитронов для изучения строения диэлектрических слоев

Резюме

Исследована дефектность строения диэлектрических слоев из оксида магния и нитрида алюминия методом аннигиляции позитронов. Показаны возможности использования методики для оценки параметров структуры поверхностных слоев,

нанесенных на сталь 40X13 и сплав АМг2, которые будут обеспечивать нужный уровень диэлектрических свойств.

Z. A. Duryagina, V. Y. Pidkova, R. Petchak

Application of positron annihilation to study the structure
of the dielectric layers

Summary

The defect structure of dielectric layers of magnesium oxide and aluminum nitride by positron annihilation method is studied. The possibilities of the use a method for estimating parameters of the structure of the surface layers, which will provide the desired level of the dielectric properties are shown.

УДК 620.22

*Визначення параметрів об'ємної зеренної
структури металевих матеріалів*

Т. П. Даніленко, кандидат технічних наук

Державний економіко-технологічний університет транспорту, Київ

Представлено результати застосування способу визначення основних параметрів об'ємної структури металевих матеріалів, який враховує полідричну форму зерен, до аналізу аустенітної зеренної структури. Виходячи зі знайденого експериментально розподілу довжин хорд на металографічній січній площині зерен, було виконано стереологічну реконструкцію розподілу зерен-полідрів за розмірами і на його основі визначені основні параметри тривимірної зеренної структури. Показано значну відмінність розподілів розмірів і параметрів самої об'ємної структури і її плоского і лінійного перерізів.

В роботі представлено новий спосіб аналізу аустенітних зеренних структур [1 – 5]. Спосіб належить до методів стереологічної реконструкції розподілу діаметрів D тривимірних структурних складових $P(D_k)$, виходячи з розподілу $P_k(d)$ діаметрів d їх плоских перерізів або розподілу $P_k(l)$ довжин хорд l в обраній для аналізу рівномірній розмірній шкалі з n інтервалів. Вихідну інформацію про розподіли $P_k(d)$ або $P_k(l)$ отримують безпосередніми вимірами на металографічному шліфі, в тому числі за допомогою відповідних аналізаторів зображення, або на фотозображенні структури. Далі, якщо вихідною