

XXIV Международная конференция
Взаимодействие ионов с поверхностью «ВИП-2019»

XXIV International Conference
Ion-Surface Interactions «ISI-2019»

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ АКАДЕМИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ РАН
МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
ИНСТИТУТ МИКРОЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНОЛОГИИ РАН
ЯРОСЛАВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ЯРОСЛАВСКИЙ ФИЛИАЛ ФИЗИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА РАН

Взаимодействие ионов с поверхностью

ВИП-2019

Труды XXIV Международной конференции

19 - 23 августа 2019 г.
Москва, Россия

Редакторы:

Е.Ю. Зыкова

Московский Государственный Университет

П.А. Карасев

*Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет
Российской академии наук*

А.И. Титов

Санкт-Петербургский Государственный Политехнический Университет

В.Е. Юрасова

Московский Государственный Университет

Том 3

Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation
Russian Academy of Sciences
National Research Nuclear University MEPhI
Moscow State University
St. Petersburg State Polytechnic University
St. Petersburg National Research Academic University of RAS
Moscow Aviation Institute
Institute of Microelectronics Technology RAS
Yaroslavl State University
Yaroslavl branch of Institute of Physics and Technology RAS

Ion-Surface Interactions

ISI–2019

Proceedings
of the XXIV International Conference

August 19–23, 2019
Moscow, Russia

Editors

E.Yu. Zykova

Moscow State University

P.A. Karaseov

St. Petersburg Academic University

A.I. Titov

St. Petersburg State Polytechnic University

V.E. Yurasova

Moscow State University

Volume 3

**СТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ АНОДНОГО
ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОДВЕРГНУТОГО ВОЗДЕЙСТВИЮ
КОМПРЕССИОННЫХ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ**
**STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF ANODIC ALUMINIUM OXIDE
SURFACE LAYER TREATED BY COMPRESSION PLASMA FLOWS**

Н.Н. Черенда¹, В.В. Углов¹, В.И. Шиманский¹, В.М. Асташинский², А.М. Кузьмицкий²
N.N. Cherenda¹, V.V. Uglov¹, V.I. Shymanski¹, V.M. Astashynski², A.M. Kuzmitski²

¹ *Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, 220030 Минск,
Беларусь, e-mail: cherenda@bsu.by;*

² *Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, ул. П. Бровки 15,
220072, Минск, Беларусь*

Structure and phase composition changes of the anodic alumina surface layer under the action of compression plasma flows were investigated in this work. The findings showed that plasma impact resulted in formation of developed surface roughness, formation of pores with the size of 0.5- 2 μm and micro-cracks. Appearance of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ as well as other polymorphic alumina phases was revealed.

В настоящее время активно проводятся исследования по созданию композитов на основе оксида алюминия с включениями металлов [1, 2], с целью создания слоев с заданными электрическими и магнитными свойствами в керамической матрице. Интерес в этом отношении представляют компрессионные плазменные потоки (КПП), генерируемые квазистационарными плазменными ускорителями, с относительно большой длительностью импульса ~ 100 мкс [3]. Воздействие компрессионными плазменными потоками на систему покрытие-подложка в режиме плавления позволяет легировать поверхностный слой материала элементами покрытия за счет конвективного перемешивания расплава. Такой способ поверхностного легирования актуален и для случая большой разницы в температурах плавления материалов матрицы и легирующего элемента, т.е. для систем металл-оксид алюминия. Вместе с тем, первоначально необходимо выявить влияние плазменного воздействия непосредственно на оксид алюминия. Целью данной работы являлось исследование изменений структурно-фазового состояния поверхностного слоя анодного оксида при воздействии компрессионных плазменных потоков.

Объектом исследований являлся анодный оксид алюминия, электрохимически выращенный на пластине алюминиевого сплава, содержащего 4% Mg, и 1% Si. Характерной особенностью анодного оксида алюминия являются протяженные поры, распространяющиеся на всю толщину пленки оксида перпендикулярно поверхности [4]. Обработку образцов компрессионными плазменными потоками осуществляли

тремя импульсами при начальном напряжении на конденсаторной батарее 4 кВ. Расстояние между образцом и срезом катода электроразрядной системы варьировалось в диапазоне 8–14 см. Увеличение этого расстояния обуславливает уменьшение энергии, поглощаемой поверхностью образца при плазменном воздействии. При обработке сталей изменение расстояния в этом диапазоне соответствует плотности поглощенной поверхностью энергии 35–13 Дж/см². Эксперименты проводили в режиме “остаточного газа”, при котором предварительно откачанную вакуумную камеру заполняли рабочим газом – азотом до давления 400 Па. Морфология поверхности образцов изучалась с использованием растрового электронного микроскопа LEO1455VP. Фазовый состав исследовался методом рентгеноструктурного анализа с помощью дифрактометра Rigaku Ultima IV в излучении CuK α в фокусировке параллельных пучков.

На рисунке 1 представлена морфология поверхности до и после воздействия КПП. Как видно из рисунка 1а на поверхность исходного образца выходят поры диаметром ~ 50 нм. В слое АОА наблюдаются трещины (рис. 1б), возникшие в результате релаксации напряжений, формирующихся в процессе роста оксида. Воздействие КПП приводит к появлению развитого рельефа поверхности, обусловленного плавлением и развитием гидродинамических неустойчивостей на границе плазма-расплав. После плазменного воздействия наблюдается появление дополнительных микротрещины, а также возникновение пор размером 0.5–2 мкм (рис. 1 в, г, д, е). Формирование микротрещин может быть связано с появлением термоупругих напряжений при плазменном воздействии [5]. Плотность микротрещин и пор увеличивается с уменьшением расстояния до катода. После воздействия КПП происходит уменьшение толщины макротрещин, существовавших в исходном образце.

На рисунке 2 представлены результаты фазового анализа образцов до и после воздействия. На дифрактограмме исходного образца, помимо пиков алюминия и вторых фаз с магнием, в области малых углов наблюдается широкое гало от рентгеноаморфного оксида алюминия. Воздействие КПП приводит к появлению дифракционных пиков полиморфной модификации оксида алюминия γ -Al₂O₃. Сдвиг дифракционных линий γ -Al₂O₃ в область меньших углов по сравнению с эталоном может быть связан с отклонениями в стехиометрическом составе. Кроме того, в анализируемом слое возможно присутствие других модификаций оксида - θ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃, α -Al₂O₃ и, возможно, MgO.

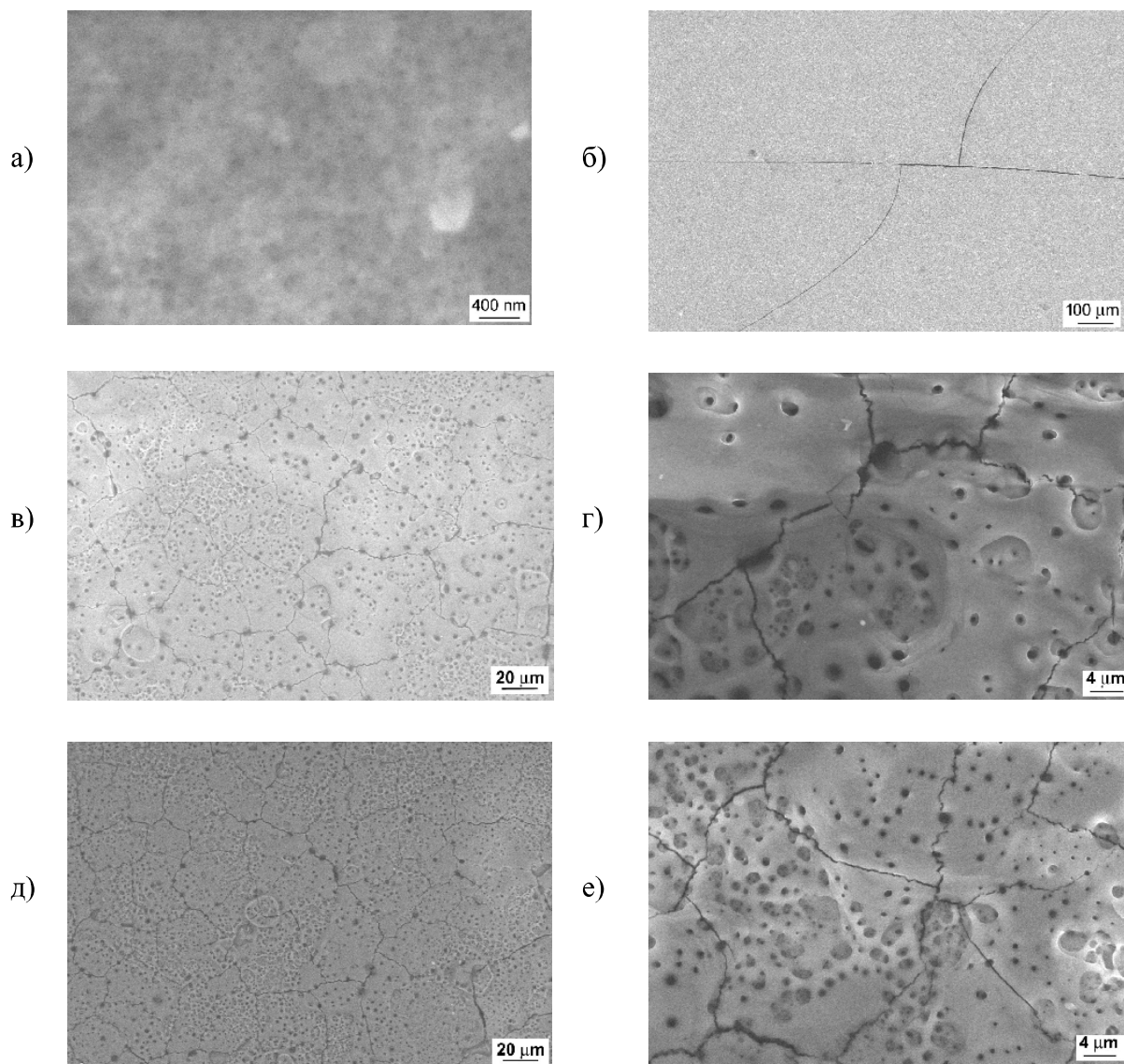


Рисунок 1 – Морфология поверхности при различном увеличении исходного образца АОА (а, б) и образцов, обработанных КПП на расстоянии 14 см (в, г) и 8 см (д, е) от катода.

В целом, наличие этих полиморфных модификаций соответствует последовательности фазовых превращений наблюдаемой при отжиге аморфного оксида $\gamma \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ [6]. Однако, малая интенсивность этих дифракционных линий, а также возможные искажения кристаллической решетки этих фаз из-за отклонения в стехиометрии и влияния легирующих элементов (Mg, Si и др.) не позволяют однозначно говорить об их формировании после воздействия. С уменьшением расстояния до катода относительная интенсивность оксидных фаз уменьшается, что

говорит об уменьшении объемной доли этих кристаллических фаз в анализируемом слое.

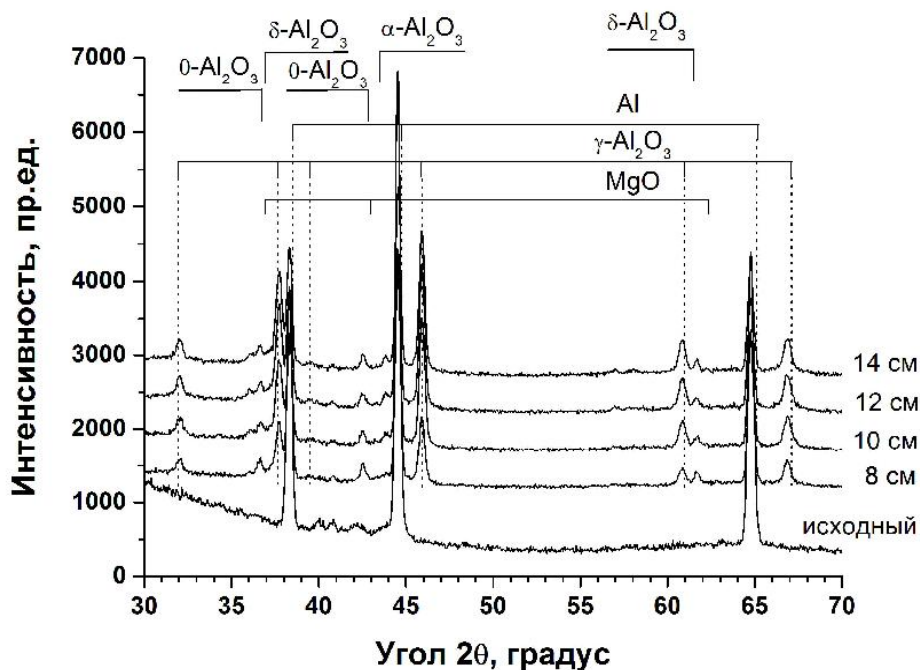


Рисунок 2 – Участки дифрактограмм исходного образца АОА и образцов, обработанных КПП на различном расстоянии до катода.

Таким образом, воздействие компрессионных плазменных потоков на анодный оксид алюминия приводит к формированию развитого рельефа поверхности, появлению микротрещин и пор размером 0.5-2 мкм. Анализ фазового состава показал, что в результате плавления и последующей кристаллизации происходит переход из рентгеноаморфного состояния в кристаллическое, наиболее устойчивой в таких условиях является кубическая модификация γ - Al_2O_3 .

1. Maria Gandman, Mark Ridgway, Ronald Gronsky and Andreas M. Glaeser, *Acta Materialia* 83 (2015) 169.
2. M.C. Salvadori, F.S. Teixeira, L.G. Sgubin, M. Cattani, I.G. Brown, *Nuclear Inst. and Meth. Phys. Res. B* 310 (2013) 32.
3. В.В.Углов, Н.Н.Черенда, В.М.Анищик, В.М.Асташинский, Н.Т.Квасов, Модификация материалов компрессионными плазменными потоками, Минск: БГУ, 2013.
4. Leandro Sacco, Ileana Florea, Marc Châtelet, Costel-Sorin Cojocaru, *Thin Solid Films* 660 (2018) 213.
5. Miao Qu, Fanhang Kong, Sha Yan, V.V. Uglov, Jianming Xue, Yugang Wang. *Nuclear Inst. and Meth. Phys. Res. B* 444 (2019) 33.
6. В.В. Сторож, Г.Я. Якимов, И.В. Горелик, Н.Г. Лабинская. *Журнал технической физики*. Том 66, вып. 9 (1996) 86.