

Для дозы облучения  $8 \times 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>, 500°C значение микротвердости при нагрузке 0,3 Н составляет 26 ГПа, что в 2,5 раза больше чем у исходного образца стали. Наблюдаемое увеличение микротвердости образцов при плазменной иммерсионной ионной имплантации обусловлено прежде всего следующими причинами: формированием дополнительной фазы карбонитрида  $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}(\text{N},\text{C})$ ; ростом объемной доли мартенсита; повышением концентрации дефектов и уровня внутренних напряжений в приповерхностной области; увеличением количества и уменьшением размера основных упрочняющих карбидных фаз.

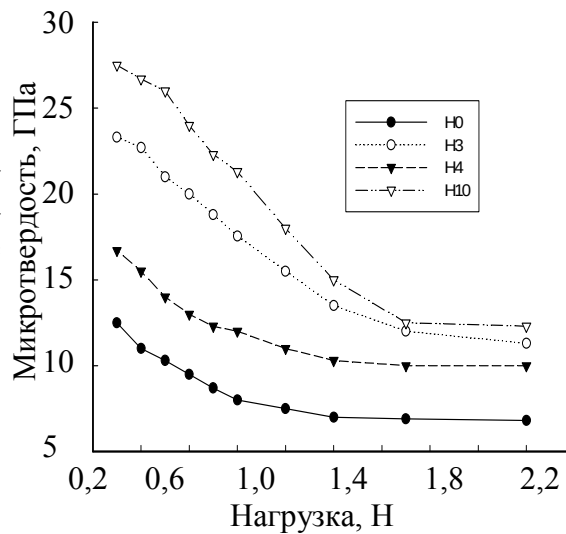


Рис. 2. Зависимость микротвердости образцов стали Р6М5 от нагрузки

Использование метода ПИИИ представляет несомненный практический интерес для модификации физико-механических свойств стали Р6М5 и применения этой стали для изготовления металлообрабатывающих инструментов.

### Литература

1. *Ensinger W.* Modification of mechanical and chemical surface properties of metals by plasma immersion ion implantation // *Surface and Coatings Technology*. 1998. Vol. 100 – 101. P. 341–352.
2. *Углов В. В., Кулешов А. К., Федотова Ю. А., Станек Я., Ходасевич В. В., Русальский Д. П., Рихтер Е., Гюнцель Р.* Плазменная иммерсионная имплантация азота в быстрорежущую сталь. Фазовый состав и механические свойства // *Физика и химия обработки материалов*. 1999. № 5. С. 18–25.

## РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК

**Е. К. Воропай**

Создание на поверхности деталей покрытий из других материалов позволяет значительно улучшить их функциональные свойства. Разработка технологии нанесения таких покрытий и контроль процесса требуют экспрессного и неразрушающего метода контроля толщины покрытий, что позволяет сделать рентгенодифракционный анализ. Спо-

собы, основанные на измерении интенсивности отражений от кристаллической подложки, позволяют с относительной ошибкой 5–10 % определить толщину любого покрытия, химический состав и плотность которого известны. Реализация этих способов возможна на любом дифрактометре общего назначения. Оценочные расчеты показывают, что рентгеновским способом можно определить минимальную толщину покрытий порядка  $10^{-1}$  мкм.

Интенсивность рефлекса ( $hkl$ ) от «бесконечно толстой» подложки  $I_{hkl}$  ослабляется покрытием толщиной  $h$  по сравнению с интенсивностью того же рефлекса от подложки без покрытия  $I_{hkl}^0$  в соответствии с выражением [1]

$$I_{hkl} = I_{hkl}^0 \exp[-\mu_n kh], \quad (1)$$

где  $\mu_n$  – линейный коэффициент ослабления монохроматического излучения в покрытии, а величина  $k = (1/\sin \alpha + 1/\sin \delta)$  – постоянная, зависящая от геометрии съемки. Тогда из выражения (1) следует

$$h = \frac{1}{\mu_n k} \ln \frac{I_{hkl}^0}{I_{hkl}}. \quad (2)$$

Для повышения точности измерения следует регистрировать наиболее интенсивное отражение подложки, т. е. обычно линию с малым углом дифракции.

Если экспериментальное измерение  $I_{hkl}^0$  невозможно, т. е. нет участков подложки, свободных от покрытия, или отсутствует эталон из материала подложки, поверхностный слой которого находится в том же структурном состоянии, что и основа покрытой детали, то выражение (2) неприменимо для измерения толщины покрытия. В этом случае возможно измерить при съемке с фокусировкой по Брэггу–Брентано (т. е. при  $\alpha = \delta = \theta_0$ ) отношение интенсивности двух порядков отражения. Это отношение не зависит от текстуры образца. Учитывая, что  $\sin \theta_{2h2k2l} = 2 \sin \theta_{hkl}$ , получим из выражения (1)

$$D = I_{hkl} / I_{2h2k2l} = C \exp(-\mu_n h / \sin \theta_{hkl}), \quad (3)$$

где  $C = I_{hkl}^0 / I_{2h2k2l}^0$  определяется экспериментально для материала подложки (без покрытия) или рассчитывается в рамках кинематической теории. В ряде случаев для определения толщины тонких пленок целесообразно использовать методы, основанные на измерении интенсивности отражения от покрытия [2].

Предложен также достаточно простой метод определения толщины кристаллического покрытия на кристаллической подложке по измерению отношения интенсивностей близко расположенных по углу  $\theta$  линий от покрытия и основы [3]. Интенсивность рассеянного рентгеновского излучения  $I$  на порошковом объекте определяется условием

$$I(hkl) = I_0 F^2(hkl) p G N K A, \quad (4)$$

где  $I_0$  – интенсивность падающего луча;  $F^2(hkl)$  – структурный фактор;  $p$  – фактор повторяемости;  $G = G(\theta)$  – фактор, зависящий от угла дифракции и включающий в себя факторы геометрический, Лоренца и поляризации;  $N$  – фактор размерности, зависящий от числа рассеивающих центров;  $K$  – коэффициент перехода от электронных к экспериментальным единицам измерения интенсивности;  $A$  – фактор поглощения.

Если для анализа выбраны рядом лежащие рефлексы защитного покрытия и основы, т. е.  $\theta_1 \approx \theta_2$ , то отношение интенсивностей рефлексов поверхностного пленочного покрытия и основы имеет вид

$$\frac{I_2}{I_1} = \frac{F_2^2 p_2 (\sigma V)_1}{F_1^2 p_1 (\sigma V)_2} [\exp(\sigma_2 h) - 1]. \quad (5)$$

где 1 и 2 – индексы основы и поверхностной пленки соответственно,  $V$  – объем элементарной ячейки кристалла;  $h$  – толщина поверхностной пленки;  $\sigma_{1,2} = 2\mu/\sin\theta_{1,2}$   $\mu$  – линейный коэффициент ослабления;  $\theta_{1,2}$  – брэгговский угол.

Толщина покрытий, нанесенных на стальную подложку, может также определяться с помощью прибора, разработанного в ИПФ НАН РБ. Работа прибора основана на локальном намагничивании постоянным магнитом участка контролируемого изделия и последующем измерении индукции магнитного поля, созданного этим участком. Малые геометрические размеры магнита и практически точечный контакт обеспечивают высокую локальность измерения, а относительно большие намагничивающие поля – единую градуировку при измерении толщины намагниченных покрытий по широкому классу сталей. Прямым методом определения толщины покрытия является электронная микроскопия.

Для исследования в данной работе было выбрано покрытие на основе TiN, как получившее наиболее широкое применение защитное и износостойкое покрытие на режущем и обрабатывающем инструмен-

те. Одним из наиболее удобных и эффективных методов осаждения покрытий на основе нитридов переходных металлов является метод катодного дугового плазменного осаждения. Промышленное получение покрытий этим методом обычно реализуется по специально разработанной технологии КИБ – конденсации с ионной бомбардировкой. Первая стадия технологии КИБ при формировании покрытия TiN на подложке – это обработка поверхности подложки ионами  $Ti^+$ , и лишь затем, на второй стадии, напыляется слой нитрида титана.

Осаждение покрытий TiN на установке ВУ-2МБС осуществлялось по технологии КИБ в две стадии:

1. Обработка поверхности подложки потоком плазмы Ti (так называемая стадия «ионной очистки») при следующих режимах: вакуум в камере  $10^{-5}$  Па; ток дуги титанового катода 100 А; потенциал подложки 1 кВ; продолжительность ионной очистки 60 с.

2. Осаждение слоя TiN из плазмы титана с азотом при следующих режимах: давление азота в камере  $1 \cdot 10^{-1}$  Па; ток дуги титанового катода 100 А; потенциал подложки 120 В; время осаждения 0,3, 1, 3, 5, 7 и 10 мин.

В качестве подложек были использованы: 1) углеродистая сталь У8А, в состав которой помимо железа входят следующие элементы: 0,795 вес.% С; 0,25 вес.% Si; 0,23 вес.% Mn; 0,15 вес.% Cr [4]; 2) молибден, в котором прокаткой создано преимущественное направление (200); 3) кремний с плоскостями (100), параллельными поверхности образца.

Толщина покрытий нитрида титана на стальной подложке определялась по формуле (5), используя рефлекс Fe(110) и TiN(111); полученные результаты сравнивались с толщиной, определенной магнитным методом. Толщина тонких пленок TiN на подложке из молибдена определялась по формуле (2), используя рефлекс Mo(200); проверка полученных значений проводилась прямыми микроскопическими исследованиями. Результаты измерений показаны в таблице. Покрытия нитрида титана на кремниевой основе были получены в качестве спутника для микроскопических исследований поперечного сечения. Наблюдается различие толщины покрытий, нанесенных на полупроводниковую и металлические подложки; это может быть связано с особенностью поведения полупроводниковых материалов при прикладывании смещающих напряжений.

Наблюдается хорошее согласование результатов, полученных рентгеновским методом с другими методами определения толщины, поэтому рентгенодифрактометрические методы могут быть использованы в качестве экспрессных неразрушающих методов.

Результаты определения толщины покрытий нитрида титана

| t, мин | TiN/Y8A                  |                         | TiN/Mo                   |                          | TiN/Si                   |
|--------|--------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
|        | h <sub>рентг</sub> , МКМ | h <sub>магн</sub> , МКМ | h <sub>рентг</sub> , МКМ | h <sub>микро</sub> , МКМ | h <sub>микро</sub> , МКМ |
| 0,3    | 0,4 ± 0,1                | 0,4 ± 0,1               | 0,4 ± 0,2                | 0,4 ± 0,1                | 1,17 ± 0,01              |
| 1      | 0,6 ± 0,1                | 0,5 ± 0,1               | 0,5 ± 0,2                | 0,7 ± 0,1                | 1,44 ± 0,01              |
| 3      | 1,1 ± 0,2                | 1,0 ± 0,1               | 0,7 ± 0,2                | 0,8 ± 0,1                | –                        |
| 5      | 1,7 ± 0,2                | 1,9 ± 0,2               | 1,4 ± 0,3                | 1,8 ± 0,1                | 1,67 ± 0,01              |
| 7      | 2,1 ± 0,3                | 2,3 ± 0,2               | 1,6 ± 0,3                | 1,9 ± 0,1                | –                        |
| 10     | 2,5 ± 0,3                | 2,7 ± 0,3               | 2,6 ± 0,4                | 2,2 ± 0,2                | 1,92 ± 0,01              |

## Литература

1. Еднерал Н. В., Иванов А. Н., Косяк Г. Н., Фомичева Е. И. Рентгенографическое измерение толщины покрытий // Известия РАН. Дефектоскопия. 1993. № 9. С. 41–44.
2. Иванов А. Н., Ягодкин Ю. Д. Рентгеноструктурный анализ поверхностного слоя (обзор) // Заводская лаборатория. 2000. № 5. С. 24–35.
3. Лиопо В. А., Война В. В., Богословский А. А., Вершенко Л. В. Рентгенографическое определение толщины металлического покрытия на поверхности другого металла // Заводская лаборатория. 1993. № 7. С. 28–30.
4. Геллер Ю. А. Инструментальные стали. М.: Металлургия, 1983. 526 с.

## ПОВЕРХНОСТНЫЕ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ВОЛНЫ В ТОНКИХ ИЗОТРОПНЫХ СЛОЯХ С АНИЗОТРОПНЫМИ ПОДЛОЖКАМИ

**В. М. Галынский**

Поверхностными электромагнитными волнами называют электромагнитные волны, которые распространяются вдоль поверхностей или границ раздела сред. Напряженность электромагнитного поля в такой волне экспоненциально убывает при удалении от плоскости раздела сред, а вдоль этой плоскости поле изменяется синусоидально. Поверхностные волны стали изучаться еще в начале XX столетия. Только в последние 20–25 лет, главным образом под влиянием физики конденсированных сред и особенно физики поверхности, они стали широко изучаться. Рассматривая плоскую границу изотропной среды с диэлектрической проницаемостью  $\varepsilon$  с вакуумом, легко показать, что для существования поверхностной волны необходимо, чтобы величина  $\varepsilon$  была отрицательна [1, с. 13]. В работе [2] был открыт новый тип поверхностных электромагнитных волн, для существования которых не требуется поверхностной активности (отрицательность диэлектрической проницаемости) среды. Существование этих волн обусловлено