

СТРУКТУРА И НЕКОТОРЫЕ СВОЙСТВА ТОЛСТЫХ КОНДЕНСАТОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧАЕМЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ ИСПАРЕНИЕМ И ОСАЖДЕНИЕМ ПАРОВОЙ ФАЗЫ В ВАКУУМЕ

Л.А. Крушинская, Я.А. Стельмах
Институт электросварки им Е.О. Патона,
Киев, Украина

E-mail: krushinskaya@paton-icebt.kiev.ua; stelmakh@paton-icebt.kiev.ua

Исследованы зависимости морфологии поверхности, структуры и фазового состава толстых конденсатов Al_2O_3 , полученных методом EB PVD, от температуры конденсации. Обнаружено присутствие наноструктурной составляющей различной морфологии и фазового состава в широком интервале температур конденсации. Приведены также результаты измерений микротвердости и электрической прочности конденсатов оксида алюминия.

ВВЕДЕНИЕ

Благодаря сочетанию высокой твердости, термостойкости, химической инертности, а также теплозащитным, электроизоляционным и другим свойствам оксид алюминия представляется перспективным материалом для широкого спектра конструктивных применений. В частности, покрытия на основе Al_2O_3 применяют при изготовлении износостойких деталей машин, работающих в агрессивных средах и подвергающихся интенсивному эрозионному и абразивному воздействию, а также в микроэлектронике и других областях новой техники.

Среди наиболее отработанных способов получения конденсатов Al_2O_3 : газотермический и плазменно-детонационный методы напыления, а также варианты вакуумных технологий: химическое осаждение из газовой фазы (CVD) и физическое – из паровой фазы (PVD).

Ранее были проведены исследования структуры конденсатов Al_2O_3 , полученных различными методами в вакууме [1-5]. Однако в оксиде алюминия при конденсации происходят фазовые превращения, степень завершенности которых, а следовательно, и эксплуатационные свойства, зависят от способа конденсации, температуры подложки, толщины сформированного конденсата, чистоты оксида алюминия и ряда других факторов. Имеющиеся в литературе сведения о последовательности фазовых превращений $\gamma-Al_2O_3 \rightarrow \alpha-Al_2O_3$ и количестве промежуточных модификаций довольно противоречивы, и в своем большинстве они относятся к тонким слоям [1-4].

В связи с этим большой интерес представляет исследование процессов структурообразования в толстых конденсатах оксида алюминия и их корреляции с технологическими параметрами.

Ниже излагаются результаты исследований толстых (20...60 мкм) конденсатов Al_2O_3 , полученных с использованием электронно-лучевого испарения окиси алюминия и последующей конденсации парового потока на подложку в вакууме (EB PVD).

В данной работе исследованы зависимости морфологии поверхности, структуры и фазового состава

конденсатов Al_2O_3 от температуры конденсации, приведены также результаты измерений их микротвердости и электрической прочности.

УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА, МЕТОДЫ И ОБЪЕКТЫ

Оксид алюминия получали методом электронно-лучевого испарения штапиков Al_2O_3 (диаметром 50 мм, полученных холодным прессованием из порошка плавленной окиси алюминия марки Ч) с последующей конденсацией парового потока на подложке.

Как было сказано выше, одним из основных факторов, определяющих структуру и свойства конденсатов, является температура подложки T_n . С этой целью разработана методика осаждения конденсатов на подложку с заданным вдоль ее оси градиентом температур [6], позволяющая за один эксперимент получить информацию о структуре и свойствах конденсированных материалов в заданном непрерывном интервале температур осаждения.

Подложка представляет собой пластину длиной 250 мм, шириной 22 мм и толщиной 2,4 мм. Для легкого разделения конденсата на отдельные образцы с обеих сторон подложки фрезеровались поперечные канавки глубиной 0,9 мм; ширина образца составляла 6 мм. Перед нанесением конденсата подложка полировалась и обезжиривалась. Материал подложки – Ст.3.

Градиент температур 150...1200 °С вдоль подложки создавался путем закрепления одного ее края в медный водоохлаждаемый шток и нагрева электронным лучом противоположного края. Измерение градиента температур проводили с помощью пяти хромель-алюмелевых термопар с точностью ± 10 °С.

Скорость конденсации в данных экспериментах была постоянной и составляла в среднем 1 мкм/мин.

Вакуум в рабочей камере во время процесса конденсации составлял $(1...2) \cdot 10^{-4}$ Торр.

Структуру поверхности в сечении покрытий исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) с использованием микроскопа Cam Scan 4D в режимах вторичных и упругоотраженных электронов.

Для определения элементного состава покрытий применяли рентгеноспектральный микроанализатор (приставка EDX к микроскопу Cam Scan 4D). Программа обработки результатов – Inca-2000. Погрешность измерений составляет $\pm 0,3\%$.

Исследование фазового состава полученных конденсатов проводили методом рентгеновской дифракции на приборе ДРОН-3М в медном $K\alpha$ -излучении (длина волны 1,54178 Å) с фокусировкой по Бреггу-Брентано на отражение в диапазоне углов 2θ 10...100°; вывод информации осуществлялся на самопишущий прибор. Для обработки полученных данных использовали программу PCW (Powder Cell), которая интерпретирует полученные рентгенограммы методом Ритвельда.

Исследования тонкой структуры конденсатов оксида алюминия осуществляли методом электронной микроскопии на просвет (ПЭМ) на приборе Н-800 (Hitachi) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для исследования использовали тонкие участки, прозрачные для электронов, получаемые путем отслоения от массивного конденсата. Идентификацию электронограмм и дифрактограмм проводили по картотеке ASTM.

Микротвердость конденсатов по Виккерсу (HV) измеряли с помощью специальной приставки Micro Duomat 4000E к оптическому микроскопу Polyvar Met в режиме автоматического нагружения при нагрузке на индентор 10 г.

Электрическую прочность (напряжение пробоя) диэлектрического покрытия Al_2O_3 измеряли при

постоянном и переменном токах при комнатной температуре по методике [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования элементного состава показали, что полученные нами конденсаты по составу соответствовали соединению Al_2O_3 во всем исследуемом диапазоне температур конденсации T_n .

Чувствительной характеристикой к целому ряду эксплуатационных свойств покрытий является шероховатость поверхности, определяемая, как правило, масштабом объемной структуры материала. Поэтому наряду со структурой сечений конденсатов исследовали также морфологию их поверхностей.

Исследования естественной поверхности конденсатов Al_2O_3 показали, что при низких температурах конденсации (температура подложки $T_n \sim 150...350$ °С) визуализируется гладкая, блестящая, прозрачная стеклоподобная поверхность. Структура поверхности и поперечного сечения таких конденсатов однородная, беспористая и слабо разрешима электронным микроскопом (рис. 1, а).

Рентгенографическое исследование тонкой структуры конденсатов, полученных в этой температурной области, показало наличие рентгеноаморфной фазы. Дополнительными исследованиями этих образцов методом ПЭМ не удалось обнаружить зеренную структуру, при этом электронограммы фиксируют только диффузное отражение, что подтверждает аморфную структуру конденсата (см. рис. 1, а).

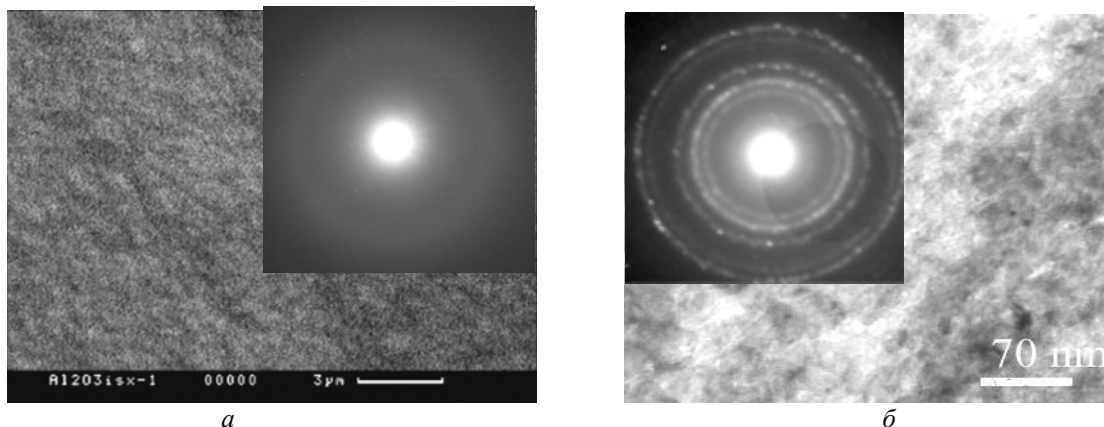


Рис. 1. Структура конденсатов Al_2O_3 : а – $T_n=250$ °С, естественная поверхность и электронограмма; б – $T_n=250$ °С, после отжига при $T=900$ °С, $\tau=1$ ч, $P=1,3 \cdot 10^{-4}$ Па, данные ПЭМ и электронограмма

Согласно имеющимся в литературе данным образование аморфного Al_2O_3 в этом температурном интервале T_n характерно для всех методов осаждения оксида алюминия, хотя несколько колеблется граничная температура аморфной зоны [1-5, 8].

Такая структура является неравновесной, термодинамически нестабильной. Термическая активация (отжиг в вакууме при температуре 900 °С в течение 1 ч) конденсатов Al_2O_3 , полученных в низкотемпературной области, приводит к рекристаллизации аморфной матрицы. Дифракция электронов через тонкий слой отожженных конденсатов показала четкие концентрические кольца, соответствующие

поликристаллической γ -фазе Al_2O_3 (см. рис. 1, б). По данным ПЭМ, средний размер зерен γ -фазы в конденсатах после отжига $d = 10...20$ нм (см. рис. 1, б), а объем содержащейся γ -фазы, по нашим оценкам, не менее 90 %. Других фаз (ни термодинамически стабильной α -фазы, ни нестабильных промежуточных) обнаружено не было. Для образования α -фазы, по-видимому, недостаточно высокая температура отжига, либо недостаточно времени выдержки для фазового перехода $\gamma \rightarrow \alpha$ -фазу Al_2O_3 .

С повышением температуры осаждения T_n конденсаты приобретают белый цвет, меняются морфо-

логия их поверхности, внутренняя структура, а также фазовый состав.

Оксид алюминия, осажденный на подложку, подогретую до 350...400 °С, имеет губчатую поверхность с хорошо развитой сеткой каналов и пор

(рис. 2, а). Такая структура имеет большую поверхностную энергию, неравновесна и является следствием невысокой поверхностной подвижности адсорбционных атомов.

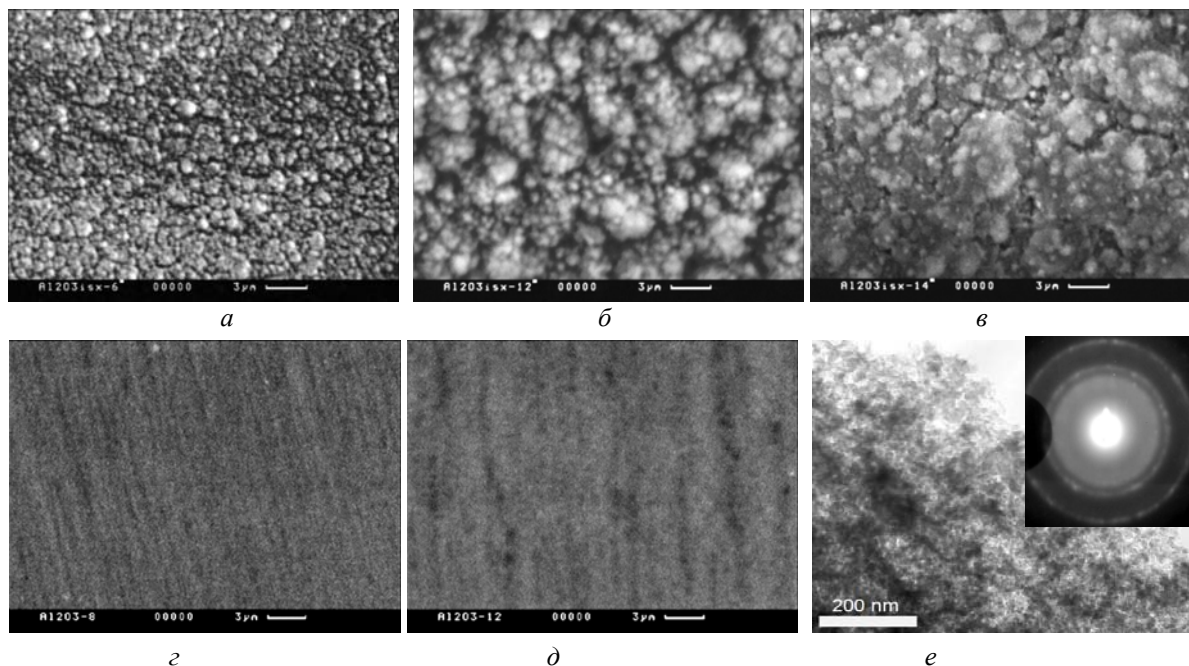


Рис. 2. Структура конденсатов Al_2O_3 . Естественная поверхность: $T_n = 350...400\text{ °C}$ (а), $T_n = 550\text{ °C}$ (б), $T_n = 650...800\text{ °C}$ (в); сечение: $T_n = 350\text{ °C}$ (г), $T_n = 550\text{ °C}$ (д); данные ПЭМ и электронограмма, $T_n = 750\text{ °C}$ (е)

Подобная морфология поверхности наблюдается в достаточно широкой области температур конденсации $T_n = 400...800\text{ °C}$ (см. рис. 2, а, б, в). Однако с увеличением T_n возрастает и миграционная способность адсорбционных атомов, что приводит к сглаживанию шероховатости поверхности, залечиванию пор. Поверхностная энергия при этом уменьшается, конденсат приобретает более равновесную структуру (см. рис. 2, в).

Такое изменение поверхности конденсата хорошо согласуется с изменениями структуры слоя Al_2O_3 , наблюдаемыми на сечениях (шлифах), сделанных в направлении роста конденсата (см. рис. 2, г, д). Так, в окрестности $T_n \sim 350...400\text{ °C}$ происходит переход к мелкостолбчатой (волокнистой) структуре, которая сохраняется до температур $T_n \sim 800\text{ °C}$. Несколько увеличивается размер кристаллитов от 0,8...1,0 до 1,5...3,0 мкм (соответственно при 400 и 800 °С).

Рентгеноструктурные исследования конденсатов оксида алюминия в этой области показали, что с ростом температуры T_n на фоне рентгеноаморфной составляющей появляются четкие интерференционные максимумы. Они принадлежат фазе, имеющей кубическую гранцентрированную структуру шпинельного типа с параметром решетки $a = 0,7915\text{ нм}$. Как известно, подобной структурой и близким по величине параметром решетки $a = 0,790...0,791\text{ нм}$ обладает $\gamma-Al_2O_3$. Следует отметить, что даже при $T_n = 800\text{ °C}$ на рентгенограммах наблюдается диффузное гало в области малых углов ($2\theta = 15...30^\circ$), что свидетельствует о присутствии

аморфной составляющей структуры (рис. 3). При этой же температуре на рентгенограммах, снятых с образцов толщиной более 20 мкм, появляются рефлексы следов α -фазы Al_2O_3 (см. рис. 3).

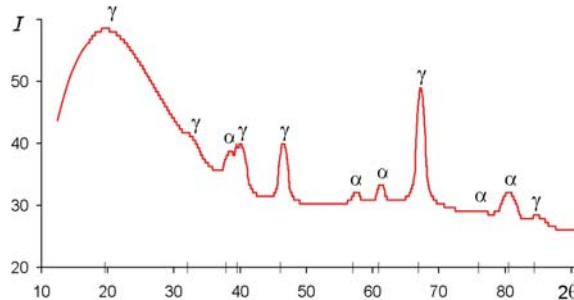


Рис. 3. Дифрактограмма Al_2O_3 , $T_n \sim 800\text{ °C}$

Присутствие метастабильной высокодисперсной поликристаллической γ -фазы Al_2O_3 подтверждают также электронографические исследования (см. рис. 2, е). С ростом T_n уменьшается объемная доля аморфной фазы и растет количество кристаллической γ -фазы (оценочно до $\sim 90\%$ при $T_n = 750\text{ °C}$); наблюдается также некоторый рост зерен γ -фазы, средний размер зерен $\gamma-Al_2O_3$ по данным ПЭМ составлял $d = 20...25\text{ нм}$ (при $T_n = 750\text{ °C}$).

Каких-либо промежуточных метастабильных фаз в этом интервале температур конденсации нами не обнаружено.

При $T_n \sim 825\text{ °C}$ наблюдается резкое изменение морфологии поверхности конденсата Al_2O_3 (рис. 4).

Игольчатая форма поверхности преобладает и характерна для конденсатов Al_2O_3 , полученных в интервале $T_n = 825 \dots 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, однако отличается размерностью. Так, игольчки $0,1 \dots 0,3 \text{ мкм}$ при

$T_n = 825 \text{ }^\circ\text{C}$ приобретают форму конкретных игл с размерами $1,5 \dots 2,0 \text{ мкм}$ у основания и $0,3 \text{ мкм}$ на кончике при $T_n \sim 940 \text{ }^\circ\text{C}$ (см. рис. 4, а, б, в).

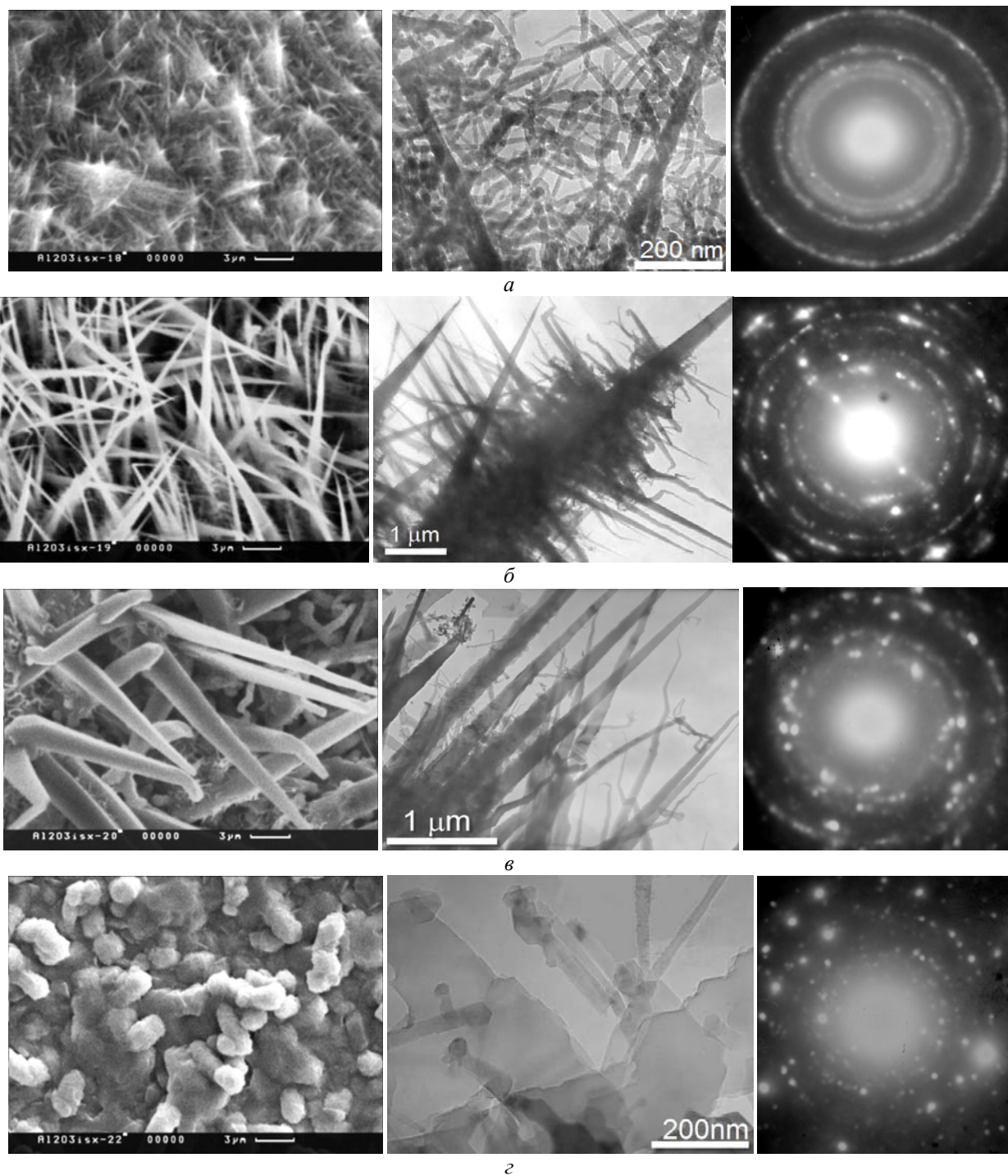


Рис. 4. Структуры и электронограммы конденсатов, полученных при T_n :
а – $825 \dots 885 \text{ }^\circ\text{C}$; б – $940 \text{ }^\circ\text{C}$; в – $1000 \text{ }^\circ\text{C}$; г – $1030 \dots 1100 \text{ }^\circ\text{C}$

Электронографическим исследованием установлено, что в этом исследуемом интервале температур ($T_n = 825 \dots 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) получают многофазные конденсаты, состоящие из смеси γ - и α -фаз с различным содержанием α -фазы.

Более детальное исследование показало, что первые признаки изменения фазового состава (появление на электронограммах четких рефлексов термодинамически стабильной α -модификации Al_2O_3)

обнаружили при $T_n \sim 825 \text{ }^\circ\text{C}$ (см. рис. 3), что соответствует температурному интервалу фазового перехода $\gamma \rightarrow \alpha$ ($700 \dots 1000 \text{ }^\circ\text{C}$), известному по литературным источникам для различных методов получения конденсатов оксида алюминия [3,5,9,10].

Кроме того, замечено, что конденсаты при толщине свыше $30 \dots 35 \text{ мкм}$ имеют некоторую структурную неоднородность. В слоях, прилегающих к подложке, содержание α -фазы меньше, чем γ -фазы,

а в поверхностных – наоборот преобладает α -фаза. По-видимому, это характерно для толстых конденсатов, как в нашем случае, и вполне объяснимо. Как известно [9], структуру оксида алюминия определяет расположение трехзарядных ионов Al^{3+} в тетраэдрическом или октаэдрическом окружении из ионов кислорода. Поскольку у $\gamma-Al_2O_3$ более низкая критическая энергия образования зародышей, чем у $\alpha-Al_2O_3$, то при быстром охлаждении должна формироваться тетраэдрическая координация, т.е. кубическая структура $\gamma-Al_2O_3$. При медленном охлаждении ионы Al^{3+} переходят в октаэдрическое положение с образованием гексагональной α -модификации Al_2O_3 . При этом общая свободная энергия системы уменьшается. В наших экспериментах при большой толщине конденсата поверхностные слои имеют более высокую температуру, нежели в начале конденсации, что и приводит к структурной неоднородности. Подобный градиент структуры наблюдали авторы [5] в покрытиях из оксида алюминия, нанесенных газотермическим способом, и рекомендовали специально стремиться к созданию градиента по α -фазе для повышения соединения покрытия с основой. Кроме того, по-видимому, фазовый состав конденсата зависит от теплопроводности подложки, а следовательно, меняя материал подложки, можно варьировать структуру конденсированного оксида алюминия.

С увеличением T_n до $\sim 1000^\circ C$ содержание α -фазы возрастает, электронограммы фиксируют монокристаллические отражения отдельных блоков $\alpha-Al_2O_3$. Каких-либо промежуточных фаз нами не обнаружено.

Как известно, при попадании частиц оксида алюминия на подогретую подложку в зависимости от скорости их охлаждения при формировании конденсата происходит распад неравновесной γ -фазы Al_2O_3 и переход ее в α -фазу. Этот переход может осуществляться по полной схеме через модификации δ и θ в соответствии с реакцией $\gamma \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ [3]. Принимая во внимание морфологическое разнообразие, наблюдаемое в интервале температур $T_n = 825 \dots 1000^\circ C$, с одной стороны, можно предположить, что $\gamma \rightarrow \alpha$ -переход в нашем случае происходит по полной схеме. Но, с другой стороны, поскольку электронографически промежуточные фазы нами не идентифицированы, то либо их количество очень мало, либо фазообразование в нашем случае происходит без промежуточных фаз, что вполне допустимо, если принимать во внимание малые скорости конденсации (~ 1 мкм/мин). Последнее согласуется с выводами авторов [11] о совместном влиянии скорости и температуры конденсации на фазовый состав Al_2O_3 .

Кроме того, на формирование промежуточных фаз могут оказывать влияние примеси, присутствие которых хотя бы в очень малых количествах стабилизирует метастабильные фазы [12,13]. Однако метод EB PVD, как и все вакуумные методы, обеспечивает получение достаточно чистых оксидов алюминия, и влиянием примесей в нашем случае можно пренебречь.

Таким образом, определенно сказать о наличии промежуточных фаз пока нельзя, это требует дополнительных детальных исследований.

При $T_n \geq 1000^\circ C$ в конденсатах оксида алюминия основной фазой является $\alpha-Al_2O_3$. По морфологическим признакам – это пластинки $200 \dots 400$ нм и толщиной ~ 25 нм (см. рис. 4, г). Однако в прилегающих к подложке слоях конденсата все еще присутствует доля γ -фазы Al_2O_3 (оценочно до $7 \dots 10\%$). По-видимому, при такой температуре T_n и выбранной нами скорости осаждения миграционная подвижность адсорбционных атомов по поверхности конденсации все еще недостаточна для формирования однофазной термодинамически стабильной α -модификации Al_2O_3 .

Анализ влияния фазового состава и структуры на механические характеристики конденсата из оксида алюминия показал, что в диапазоне низких температур конденсации от 150 до $300^\circ C$ микротвердость конденсата Al_2O_3 увеличивается, достигая при температуре $T_n = 250 \dots 280^\circ C$ максимального значения $H_\mu = 6,2$ ГПа (рис. 5). Это соответствует области формирования конденсата с рентгеноаморфной структурой. Термическая обработка (отжиг при $900^\circ C$ в течение 1 ч, в вакууме) таких конденсатов ($T_n \sim 250^\circ C$) приводит к значительному увеличению микротвердости. Это соответствует, как было отмечено выше, переходу при нагреве аморфной фазы в поликристаллическую $\gamma-Al_2O_3$ и появлению участков с наноструктурой и размерами фрагментов $10 \dots 20$ нм, что показано электронно-микроскопическим исследованием структуры конденсатов (см. рис. 1, б). Такая структура обеспечивает максимальную микротвердость: ~ 18 ГПа.

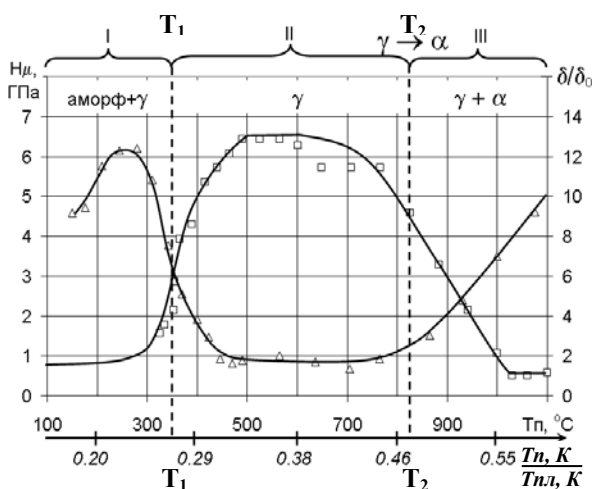


Рис. 5. Зависимости микротвердости (Δ) и пористости (\square) конденсатов Al_2O_3 от температуры конденсации T_n

При увеличении температуры подложки ($T_n > 300^\circ C$) микротвердость резко снижается до значения $H_\mu = 0,15$ ГПа при $T_n = 525^\circ C$. Такой уровень механических свойств сохраняется вплоть до $T_n \sim 800^\circ C$, а при дальнейшем увеличении температуры подложки микротвердость плавно возрастает ($H_\mu \sim 18$ ГПа, $T_n = 1100^\circ C$).

Таким образом, увеличение содержания в конденсате метастабильной γ -фазы Al_2O_3 снижает твер-

дость ($T_n \sim 400...800$ °С). Рост микротвердости при $T_n = 700...1100$ °С связан, как можно предположить, с изменением количественного соотношения фаз в конденсатах, а также с появлением стабильной α -фазы Al_2O_3 . Однако объемные процессы рекристаллизации в конденсатах Al_2O_3 имеют место при $T_n > 1200$ °С, а также наличие некоторого количества γ - Al_2O_3 приводят к тому, что полученные нами значения H_m при $T_n = 1100$ °С несколько ниже микротвердости массивного α - Al_2O_3 , составляющей 20 ГПа по данным [2,3].

Следует также отметить, что кроме типов сформированных фаз свойства осажденных слоев зависят и от макроскопических особенностей микроструктуры, в частности пористости. Так, результаты изменения микротвердости в зависимости от T_n коррелируют с данными изменения толщины конденсата (см. рис. 5). Переход плотной аморфной структуры в рыхлую столбчатую при $T_n \sim 350$ °С сопровождается резким увеличением толщины конденсата, т. е. снижением плотности и соответственным падением микротвердости. Увеличение содержания и размера дисперсной γ -фазы ($T_n \sim 400...800$ °С) приводит к увеличению объема конденсата и соответственному снижению твердости. При $T_n \sim 800...825$ °С происходит необратимый переход γ - $Al_2O_3 \rightarrow \alpha$ - Al_2O_3 с сокращением объема вещества по данным [9] на 14,3 %. Указанное полиморфное превращение сопровождается резким уменьшением толщины конденсата с соответствующим увеличением микротвердости (см. рис. 5).

Таким образом, механические свойства полученных нами конденсатов Al_2O_3 коррелируют с их макро-, микроструктурой и совпадают с литературными данными для различных технологий.

Электрофизические параметры конденсата, например напряжение пробоя, также зависят от структурного несовершенства конденсата, т. е. в конечном итоге – от технологических параметров его формирования.

Измерение структурно-чувствительной характеристики – напряжения пробоя, показало, что оно существенно зависит как от толщины конденсата, так и от температуры его формирования (T_n), например, при толщине 4...8 мкм оно составляет 82...72 В/мкм, а при толщине 12...18 мкм – 49...48 В/мкм ($T_n=150...400$ °С).

Таким образом, проведенные комплексные исследования показали, что при формировании толстых конденсатов оксида алюминия методом EB PVD наблюдается ряд закономерностей: формируются три характерные структурные зоны с граничными температурами T_1 (0,26 Тпл, К) и T_2 (0,5 Тпл, К) (см. рис. 5). Предположения о возможных механизмах, контролирующих формирование структуры в каждой из зон, были сделаны авторами [14] и получили дальнейшее развитие в работах [15,16].

ВЫВОДЫ

Анализируя полученные результаты, можно сделать следующие выводы:

- при формировании толстых конденсатов оксида алюминия методом электронно-лучевого испарения с последующей конденсацией паровой фазы в вакууме (EB PVD) формируются три структурные зоны с граничными температурами T_1 (0,26 Тпл) и T_2 (0,5 Тпл);

- в конденсатах Al_2O_3 толщиной свыше 30...35 мкм наблюдается градиент структуры с возрастанием к поверхности α - Al_2O_3 ;

- обнаружено присутствие наноструктурной составляющей различной морфологии и фазового состава в широком интервале температур конденсации ($T_n = 70...1000$ °С);

- в интервале $T_1 < T_n < T_2$ дополнительный вклад в размерность и морфологию структуры вносят полиморфные превращения, характерные для Al_2O_3 , в этом же интервале температур T_n наблюдается максимальная нано- и микропористости;

- свойства конденсата Al_2O_3 могут варьироваться в широком диапазоне в зависимости от режима его формирования, а также последующей термической обработки;

- полученные результаты с учетом высокой производительности метода EB PVD могут найти широкое применение на практике. Структуру и свойства, соответствующие конкретному применению, можно получать тщательным подбором технологических параметров.

ЛИТЕРАТУРА

1. K. Siddhartha Dradhan et al. Crystallinity of Al_2O_3 films deposited by metalorganic chemical vapor deposition // *Surface and Coat. Technol.* 2004, v. 76, iss. 3, p. 382-384.
2. T.C. Chou, T.G. Nieh, S.D. McAdams, G.M. Pharr. Microstructures and mechanical properties of thin films of aluminum oxide // *Scripta Met.* 1991, v. 25, №10, p. 2203-2208.
3. G. Hoetzsche, O. Zywitzki, H. Sahn. Structure, Properties and Applications for PVD Al_2O_3 Layers – A comparison of Deposition Technologies // *40th Annual Technical Conference of the Society of Vacuum Coaters. April 12-17, 1997.* New Orleans, USA, 1997.
4. И.В. Лунев, В.Г. Падалка. Структура и свойства тонких пленок оксида алюминия, полученных методом магнетронного распыления // *Металлофиз. новейшие технол.* 2000, т. 22, №2, с. 36-41.
5. А.Л. Борисова, Д.И. Адеева, В.Н. Сладкова. Фазовые превращения в газотермических покрытиях из оксида алюминия // *Автом. сварка.* 1997, №9(534), с. 26-32.
6. К.Ю. Яковчук, Я.А. Стельмах. Лабораторная электронно-лучевая установка для осаждения из паровой фазы неорганических материалов с аморфной, нано- и микропористой структурой // *Материалы конференции НАНСИС-2004, 12-14 октября, г. Киев, 2004, с. 387.*

7. Ф.Н. Тавадзе, О.П. Шаламберидзе, М.Н. Окросавили, Э.Р. Кутелия. Исследование влияния толщины слоя на структуру и свойства вакуумных конденсатов окиси алюминия и двуокиси циркония, полученных электронно-лучевым испарением // *Пробл. спец. электрометаллургии*. 1981, в. 14, с. 71-78.
8. К.А. Осипов, Т.Л. Борович, И.И. Орлов. Пленки оксида алюминия, полученные электронно-лучевым способом // *Неорганич. материалы*. 1971, т. VII, №11, с. 1970-1974.
9. *Энциклопедия неорганических материалов*. Киев: Укр. Сов. энциклопедия, 1977, т. 2, с. 105-106.
10. Б.А. Мовчан, Т.А. Молодкина. Исследование структуры толстых вакуумных конденсатов окиси алюминия // *ФиХОМ*. 1978, №3, с. 107-110.
11. Г.И. Баталин, В.Д. Кушков, А.В. Качур и др. Фазовый состав толстых вакуумных конденсатов оксида алюминия // *Пробл. спец. электрометаллургии*. 1984, в. 85, с. 77-79.
12. Д.А. Зацепин, В.М. Черкашенко, Э.З. Курмаев и др. Рентгеноэмиссионное исследование электронной структуры нанокристаллического Al_2O_3 // *Физика твердого тела*. 2004, т. 46, в. 11, с. 2064-2068.
13. Н.А. Торопов, В.П. Барковский, И.А. Бондарь, Ю.П. Удалов. *Диаграммы состояния силикатных систем*. Л.: «Наука», 1970, с. 371.
14. Б.А. Мовчан, А.В. Демчишин. Исследование структуры и свойств толстых вакуумных конденсатов никеля, титана, вольфрама, окиси алюминия и двуокиси циркония // *ФММ*. 1969, т. 28, в.4, с. 653-660.
15. J.A. Thornton. High rate thick film growth // *Ann. Rev. Mater. Sci.* 1977, №7, p. 239-260
16. I. Petrov, P.V. Barna, L. Hultman, J.E. Greene. Microstructural evolution during growth // *J. Vac. Sci. Technol.* 2003, №21(5), с. 117-128.

Статья поступила в редакцию 20.10.2010 г.

СТРУКТУРА ТА ДЕЯКІ ВЛАСТИВОСТІ ТОВСТИХ КОНДЕНСАТІВ ОКСИДУ АЛЮМІНІЮ, ОТРИМАНИХ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВИМ ВИПАРОМ І ОСАДЖЕННЯМ ПАРОВОЇ ФАЗИ У ВАКУУМІ

Л.А. Крушинська, Я.А. Стельмах

Досліджено залежності морфології поверхні, структури та фазового складу товстих конденсатів Al_2O_3 , отриманих методом ЕВ PVD, від температури конденсації. Виявлено присутність наноструктурної складової різної морфології та фазового складу в широкому інтервалі температур конденсації. Наведено також результати вимірів мікротвердості та електричної міцності конденсатів оксиду алюмінію.

STRUCTURE AND SOME PROPERTIES OF THICK ALUMINA CONDENSATES BY EBPVD

L.A. Krushinskaya, Ya.A. Stelmakh

Dependences of a surface morphology, structure and phase composition of the thick alumina condensates obtained by EB PVD on condensation temperature are investigated. Presence of a nanostructured component of various morphology and phase structure in a wide interval of temperatures of condensation is revealed. Results of microhardness and electric durability measurements of alumina condensates are also reported.