



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Национальный исследовательский
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА

**Сборник материалов
XVII Российской научной
студенческой конференции**

Томск, 18 мая 2020 г.



ТОМСК
«Издательство НТЛ»
2020

УДК 539.2; 539.9; 537
Ф503

Физика твердого тела: сборник материалов XVII Российской научной студенческой конференции (г. Томск, 18 мая 2020 г.) / под ред. В.А. Новикова. – Томск: Изд-во НТЛ, 2020. – 184 с.

ISBN 978-5-89503-639-6

Сборник содержит материалы, представленные студентами, аспирантами и молодыми учеными на XVII Российской научной студенческой конференции по физике твердого тела (ФТТ-2020). Тематика конференции посвящена исследованию электронного строения, кристаллической структуры, фазовых переходов, электрофизических, поверхностных, оптических и механических свойств твердых тел.

Для широкого круга исследователей, занимающихся проблемами физики твердого тела.

УДК 539.2; 539.9; 537

Организаторы:

Национальный исследовательский Томский государственный университет;
Сибирский физико-технический институт им. В.Д. Кузнецова ТГУ;
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН;
Институт физики полупроводников СО РАН.

Редакционная коллегия:

канд. физ.-мат. наук В.А. Новиков; д-р физ.-мат. наук Ю.Ю. Эрвье;
д-р физ.-мат. наук, доцент И.А. Дитенберг; д-р физ.-мат. наук, доцент И.Ю. Литовченко; д-р физ.-мат. наук, доцент А.И. Дмитриев; д-р физ.-мат. наук Е.В. Шилько; канд. физ.-мат. наук Е.С. Марченко; канд. физ.-мат. наук Е.Ю. Гудимова; канд. физ.-мат. наук А.А. Козулин; канд. физ.-мат. наук И.А. Бобровникова; канд. физ.-мат. наук С.Н. Филимонов; д-р физ.-мат. наук В.Н. Брудный; д-р физ.-мат. наук И.В. Ивонин.

Технический комитет:

Осипов Денис Андреевич, аспирант физического факультета ТГУ;
Терещенко Евгений Васильевич, аспирант физического факультета ТГУ.

ISBN 978-5-89503-639-6

© ООО «Издательство НТЛ», 2020

СОДЕРЖАНИЕ

Секция 1

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ

Алмаева К.В. Особенности разрушения ферритно-мартенситной стали ЭП-823 после высокотемпературной термомеханической обработки	8
Выродова А.В. Влияние частиц второй фазы на механические свойства $[\bar{1}11]$ -монокристаллов высокоэнтропийного сплава FeNiCoCrAl _{0,3} при растяжении.....	11
Вязовская А.Ю. Влияние спин-орбитального взаимодействия и магнетизма на электронную структуру GdIr ₂ Si ₂	14
Гарин А.С., Аникеев С.Г., Артюхова Н.В., Кафтаранова М.И. Биосовместимые пористые сплавы на основе никелида титана с добавками титана, полученные методом диффузионного спекания	16
Дубовиков К.М. Исследование структурно-фазового состава поверхности монокристаллических титановых сплавов при газовой коррозии.....	18
Дымнич Е.М., Емельянова Е.С. Модель деформационного поведения аддитивных алюминиевых сплавов в рамках микромеханического подхода.....	20
Дьяченко Ф.А., Атовуллаева А.А., Мейснер Л.Л. Влияние формы наконечника индентора на локальное деформационное поведение TiNi-сплава.....	22
Дьяченко Ф.А., Атовуллаева А.А., Мейснер Л.Л. Влияние плотности энергии электронного пучка на изменение механических свойств поверхностного слоя никелида титана	25
Емельянова Е.С. Численный анализ влияния размера зерна и текстуры на локализацию пластической деформации и деформационный рельеф в поверхностно-модифицированном титане	28
Жердева М.В., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И. Сверхэластичность и эффект памяти формы в состаренных под и без нагрузки монокристаллах высоконикелевых сплавов Ti-Ni	30
Кахидзе Н.И., Ахмадиева А.А., Гизатулина Н.Р., Селиховкин М.А., Валихов В.Д. Исследование влияния дигорида титана и эрбия на структуру и механические свойства алюминидового сплава AMg5	33
Козадаева М.П., Сурменова М.А., Сурменев Р.А., Леонова Л.А., Храпов Д.А., Панин А.В., Коптюг А.В. Исследование механического поведения при статическом сжатии и растяжении металлических конструкций с топологией трижды периодических по-	

верхностей минимальной энергии, полученных с помощью аддитивных технологий.....	36
Лапшина А.А. Численное исследование механического поведения биологических тканей при одноосном сжатии	39
Линник В.В., Алмаева К.В. Закономерности изменения механических свойств и особенности микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭП-823 в условиях высокотемпературной термомеханической обработки	42
Мамазакиров О., Аникеев С.Г., Артюхова Н.В., Моногенов А.Н. Особенности методов СВС и спекания для создания пористых сплавов TiNi медицинского назначения	45
Манишева А.И., Мишин И.П. Влияние прокатки на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ35	47
Матвеев А.Е., Жуков И.А. Исследование фазового состава и структуры материалов Al-Al ₃ Ti-TiB ₂ , полученных в режиме МА-СВС	49
Мухамедова Р.Р., Семин В.О. Ближний порядок в аморфном поверхностном Ti-Ta-Si-сплаве, синтезированном электронно-пучковым способом на TiNi-подложках.....	52
Насырбаев А., Никитин Д.С. Влияния энергетических параметров на нанесение покрытия кубического карбида вольфрама плазменно-динамическим методом	55
Никоненко А.В., Курзина И.А., Окс Е.М. Влияние температуры обработки сплава ВТ1-0 на средний размер зерна	57
Осипов Д.А. Влияние частиц порошка TiC на механические свойства Ni ₃ Al, полученного методом искрового плазменного спекания.....	60
Пасынков М.В., Янилкин И.В., Вахитов И.Р., Гумаров А.И., Киямов А.Г., Юсупов Р.В., Тагиров Л.Р. Сверхбыстрая динамика намагниченности в тонких пленках L1 ₀ -фазы соединений FePt и FePd: многообещающие различия	63
Петров Е.К. Планарные антиферромагнитные топологические изоляторы.....	66
Поклонов В.В., Куксгаузен И.В., Чумляков Ю.И., Куксгаузен Д.А. Влияние термической обработки на эффект сверхэластичности олигокристаллов сплава FeMnAlNiTi	68
Сараева А.А. Механические свойства монокристаллов высокоэнтропийного сплава (FeNiCoCr) ₉₄ Al ₄ Ti ₂ при деформации растяжением	71
Сергеев М.В., Емельянова Е.С. Процессы динамического деформирования и разрушения в поликристаллических алюминиевых сплавах.....	74

Тимошевская С.Ю., Гудимова Е.Ю., Мейснер Л.Л. Физико-химические характеристики поверхностного Ti-Ni-Ta-Si-сплава, сформированного на TiNi-подложке электронно-пучковым способом.....	76
Тохметова А.Б., Ларченкова Н.Г. Функциональные свойства старенных под нагрузкой в мартенсите монокристаллов ферромагнитного сплава $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$ (ат. %).....	79
Фаткуллин И.Д., Тагильцев А.И. Особенности развития мартенситных превращений в сплаве $Ni_{50.3}Ti_{32.2}Hf_{17.5}$ после выдержки в мартенситном состоянии под растягивающей нагрузкой.....	83
Янушоните Э.И., Ефтифеева А.С. Влияние температуры старения на сверхэластичность в монокристаллах ферромагнитного сплава CoNiAl.....	86

Секция 2

ФИЗИКА ПОЛУПРОВОДНИКОВ И ДИЭЛЕКТРИКОВ

Алексеев А.О. Расчет энергии адсорбции атомов Si из первых принципов на 3C-SiC(111) и карбиде кремния, покрытом графеном.....	89
Антонов В.А., Попов В.П., Тарков С.М., Тыщенко И.Е. Свойства КНС-структур, сформированных водородным переносом и ионной имплантацией.....	91
Беспалов Н.С., Леванисов В.А., Кочетова В.В., Шмаков С.С., Шандаров С.М. Вклад обратного флексоэлектрического эффекта в фоторефрактивный отклик при встречном взаимодействии световых пучков в кристалле среза (110).....	94
Винарский В.П. Моделирование процессов роста двумерных материалов IV группы.....	97
Вымпина Ю.Н. Получение наночастиц кристаллического диоксида титана методом прямого плазмодинамического синтеза.....	99
Гладков Ю.Н., Сергеенко Д.И., Коровин Е.Ю. Электромагнитные свойства композиционных материалов на основе наноразмерных порошков гексаферритов и углеродных нанотрубок.....	101
Дубиков А.В., Савченков Е.Н., Шарасва А.Е. Дифракция света на регулярной доменной структуре с наклонными доменными стенками в кристалле ниобата лития в приложенном ступенчатом внешнем электрическом поле.....	105
Журин Т.А., Сим Е.С. Дифференциальные характеристики спектров оптического пропускания кристалла силиката висмута.....	110

Капогузов К.Е., Мутилин С.В., Яковкина Л.В., Принц В.Я. Свойства фазового перехода в тонких пленках диоксида ванадия, синтезированных на разных слоях диоксида кремния.....	113
Ким С.В., Максимова Н.К. Характеристики сенсоров на основе тонких пленок SnO ₂ с добавками Ag, Y в объеме.....	116
Колмаков А.А., Анисимов Р.И., Темерева А.С., Мамбетова К.М. Агрегирование диэлектрических наночастиц на поверхности кристаллов ниобата лития электрическими полями фоторефрактивных голограмм.....	119
Колосовский Д.А., Дмитриев Д.В., Торопов А.И., Митрофанов И.А., Гуляев Д.В., Гаврилова Т.А., Кожухов А.С., Журавлев К.С. Цифровая эпитаксия слоев InGaAlAs из твердых растворов InGaAs/InAlAs.....	122
Костеников М.А., Беспалов Н.С., Кочетова В.С., Шмаков С.С. Программная реализация нейронной сети для аппроксимации экспериментальных данных.....	125
Кукенов О.И., Дирко В.В. Анализ перехода сверхструктуры 7×7 в 5×5 по дифракционным картинам при синтезе Ge на Si (111) методом МЛЭ.....	128
Шуацон Кун, Пайгин В.Д. Исследование процессов электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия.....	130
Курасова А.С. Исследование процессов синтеза и кристаллизации CdSiP ₂	133
Майдэбура Я.Е., Галицын Ю.Г., Мансуров В.Г., Малин Т.В., Милахин Д.С., Журавлев К.С. Фазовый 2D–3D-переход при формировании GaN КТ на поверхности AlN методом аммиачной МЛЭ.....	137
Митрофанов И.А., Дмитриев Д.В., Федосенко Е.В., Торопов А.И. Изменение состава поверхности (001) InP в процессе отжига.....	140
Михайленко А.В., Аксенов К.Г., Акрестина А.С. Спектральные зависимости оптического отражения от структуры GaN/Al ₂ O ₃	142
Мясников В.А., Дирко В.В. Эпитаксиальный рост твердых растворов Si _{1-x} Ge _x / Si (100).....	145
Павлов И.Г. Температурная зависимость эффективности сбора зарядов сенсоров на основе GaAs:Cr-структур при облучении импульсами ИК-диапазона.....	147
Пидченко М.Б., Филимонов С.Н. Влияние сил Ван-дер-Ваальса на поверхностную энергию поверхностей кремния при упругой деформации.....	150

Половников Н.А., Зиновьев В.А., Двуреченский А.В. Моделирование плазмонного усиления излучения от квантовых точек в гибридных структурах с наночастицами серебра	153
Пономарев С.А., Роголо Д.И., Миронов А.Ю., Щеглов Д.В., Латышев А.В. Слоистый In_2Se_3 на поверхности $\text{Si}(111)$ с гистерезисами температурной зависимости сопротивления	156
Скворцов И.В., Тимофеев В.А., Машанов В.И. Формирование наноструктур SiSn на $\text{Si}(100)$ по механизму пар – жидкость – кристалл методом молекулярно-лучевой эпитаксии	159
Сушков А.А., Павлов Д.А., Денисов С.А., Чалков В.Ю. Рост Ge/Si -слоев на структуре $\text{Si/SiO}_2/\text{Si}(100)$	162
Терещенко Е.В. Влияние сублимации на монокристалл антрацена в атмосфере	164
Третьяков А.Ю., Дирко В.В. Измерение критической толщины при синтезе квантовых точек Ge на $\text{Si}(111)$ методом МЛЭ	168
Фомин М.Г., Редькин Р.А. Измерение временной динамики релаксации носителей заряда в кристаллах GaAs и GaSe методом «накачка – зонд»	170
Цымбалов А.В., Калыгина В.М. Солнечно-слепые детекторы УФ-диапазона	173
Чупрякова Е.В. Влияние кислорода на газочувствительные свойства оксида галлия с различным содержанием хрома	177
Шишелова А.А., Гюнтер С.В. Усталостная прочность пористых SVC-TiNi -сплавов	180

Секция 1

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ

Особенности разрушения ферритно-мартенситной стали ЭП-823 после высокотемпературной термомеханической обработки*

К.В. Алмаева

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Высокотемпературная термомеханическая обработка (ВТМО) [1–3] является перспективным способом модификации микроструктуры и механических свойств ферритно-мартенситных сталей. Такие обработки влияют не только на прочностные, но и на пластические свойства сталей в области вязко-хрупкого перехода.

В настоящей работе представлены результаты исследования влияния ВТМО на особенности разрушения 12%-й хромистой ферритно-мартенситной стали ЭП-823 (Fe-12Cr-Mo-W-Si-V-W-Nb). ВТМО проводили по режиму: нагрев до 1100 °С (1 ч), пластическая деформация прокаткой ($\epsilon \approx 50\%$) с последующим отпуском при $T = 720$ °С, 1 ч.

Механические испытания на растяжение при $T = -70 \dots -40$ °С проводили в смеси жидкого азота и этилового спирта, при $T = 20$ °С – на воздухе, при температурах $T = 650-720$ °С – в вакууме $\approx 2.7 \cdot 10^{-3}$ Па. Исследование морфологии поверхности разрушения проводилось методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе Quanta 200 3D.

Испытания на растяжение показали, что во всем изученном интервале температур механические свойства (предел прочности, предел текучести, относительное удлинение до разрушения) после ВТМО выше соответствующих значений после традиционной термической обработки (ТТО, заковка от $T = 1100$ °С, 1 ч + отпуск при $T = 720$ °С, 3 ч) [1].

Фрактографические исследования стали ЭП-823 после ВТМО показали, что во всем изученном температурном интервале наблюдается образование шейки (рис. 1, а–в). При низких температурах ($-70 \dots -40$ °С) разрушение происходит преимущественно по хрупкому механизму сколом, доля вязкой составляющей в изломах незначительна, также наблюдаются микротрещи-

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-90139.

ны, параллельные плоскости прокатки (рис. 1, а, з). При снижении температуры испытаний в изломах возрастает доля хрупкой составляющей, увеличивается длина и плотность микротрещин. При $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ повышается доля вязкого чашечного излома, при этом уменьшается длина и плотность микротрещин (рис. 1, б, д). При температурах испытаний $650\text{--}720\text{ }^{\circ}\text{C}$ наблюдается вязкий чашечный излом, возрастает размер чашек, увеличивается сужение в области шейки, микротрещины отсутствуют (рис. 1, в, е).

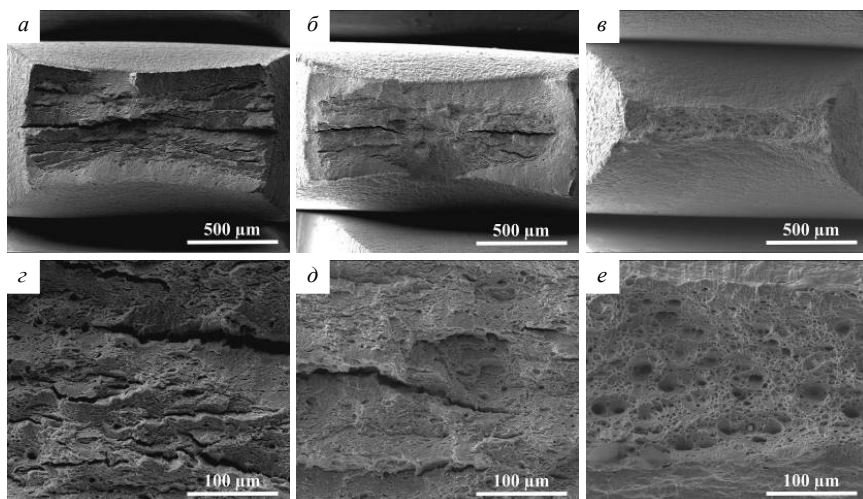


Рис. 1. Фрактограммы образцов стали ЭП-823 после ВТМО: а–в – изображение в области шейки: $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б), $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в); з–е – изображение изломов: $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (з), $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (д), $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (е)

Сравнение температурной зависимости фрактограмм после ВТМО и ТТО [1] показало их качественное подобие. После ВТМО в отличие от ТТО наблюдается высокая плотность микротрещин, параллельных плоскости прокатки. Таким образом, метод обработки стали практически не влияет на характер разрушения материала при разных температурах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Полехина Н.А., Литовченко И.Ю., Алмаева К.В. и др. Сравнительное исследование микроструктуры, механических свойств и особенностей разрушения жаропрочных ферритно-мартенситных сталей ЭК-181, ЧС-139 и ЭП-823 в интервале температур от $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2018. – Т. 41. – Вып. 4. – С. 38–47.

2. *Полехина Н.А., Алмаева К.В., Литовченко И.Ю. и др.* Влияние высокотемпературной термомеханической обработки на микроструктуру, механические свойства и разрушение малоактивируемой 12%-й хромистой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в интервале температуры от –196 до 700 °С // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2019. – Т. 42. – Вып. 4. – С. 31–38.
3. *Almaeva K.V., Polekhina N.A., Linnik V.V., Litovchenko I.Yu.* Microstructure and mechanical properties of ferritic-martensitic steel EP-823 after high-temperature thermomechanical treatment // AIP Conference Proceedings. – 2019. – V. 2167. – P. 020013-1–020013-4.

Алмаева Ксения Викторовна, аспирантка; kseni_ya_almaeva@mail.ru

Влияние частиц второй фазы на механические свойства $[\bar{1}11]$ - монокристаллов высокоэнтропийного сплава $\text{FeNiCoCrAl}_{0,3}$ при растяжении*

А.В. Выродова

Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) – новый класс материалов, которые обычно состоят из пяти (или более) металлических элементов в эквимольных или почти эквимольных пропорциях [1]. Одним из перспективных классов ВЭС являются границентрированные кубические (ГЦК) сплавы системы Co-Cr-Fe-Ni-Mn. Хотя однофазные ГЦК сплавы (одним из типичных представителей является эквиатомный сплав CoCrFeNiMn , также известный как сплав Кантора) обладают высокой пластичностью и ударной вязкостью, их прочность, как правило, слишком мала для прикладных задач [2]. Значительные усилия были направлены на упрочнение таких сплавов. Наиболее эффективным способом упрочнения является дисперсионное старение.

В настоящей работе представлены исследования влияния частиц γ' -фазы, упорядоченной по типу $L1_2$, и β -фазы, упорядоченной по типу $B2$, на критические скалывающие напряжения $\tau_{\text{кр}}^{\text{СК}}$, кривые течения $\sigma(\epsilon)$, коэффициент деформационного упрочнения $\Theta = d\sigma/d\epsilon$ и пластичность в монокристаллах ГЦК $\text{FeNiCoCrAl}_{0,3}$ ВЭС с энергией дефекта упаковки (ДУ) $\gamma_0 = 0.05$ Дж/м², ориентированных вдоль направления $[\bar{1}11]$ при деформации растяжением.

Монокристаллы $\text{FeNiCoCrAl}_{0,3}$ были получены методом Бриджмена в атмосфере аргона из заготовок, выплавленных в печи сопротивления. Кристаллы гомогенизировали в атмосфере гелия при 1470 К в течение 48 часов и затем закаливали в воду. Механические испытания при 296 К проводили на испытательной машине Instron 5969. Критические скалывающие напряжения для скольжения определяли, используя выражение $\tau_{\text{кр}}^{\text{СК}} = \sigma_{0,1} m_{\text{СК}}$ ($\sigma_{0,1}$ – осевые напряжения на пределе текучести, $m_{\text{СК}}$ – фактор Шмида для скольжения).

Электронно-микроскопические исследования показали, что старение монокристаллов $\text{FeNiCoCrAl}_{0,3}$ ВЭС при 893 К \times 50ч приводит к выделению когерентных частиц γ' -фазы размером $d = 5-7$ нм, с упорядоченной структурой по типу $L1_2$, а старение при 973 К \times 50 ч – к выделению некоге-

* Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ № 19-19-00217.

рентных частиц β -фазы, с упорядоченной структурой по типу $B2$. Частицы β -фазы имеют неравноосную форму со средней длиной $l = 250\text{--}300$ нм и шириной $d = 30\text{--}45$ нм и межчастичным расстоянием $L = 500\text{--}700$ нм.

На рис. 1 и в таблице приведены данные по механическим свойствам при температуре 296 К $[\bar{1}11]$ -монокристаллов ГЦК FeNiCoCrAl_{0.3} ВЭС в однофазном состоянии и после старения 893 К \times 50 ч и 973 К \times 50 ч. Пластическое течение в закаленных и состаренных $[\bar{1}11]$ -кристаллах развивается преимущественно в одну линейную стадию и имеет вид, типичный для ГЦК кристаллов, ориентированных для множественного сдвига, при деформации растяжением. Анализ данных, представленных на рис. 1, показывает, что выделение упорядоченных частиц второй фазы влияет на уровень деформирующих напряжений на пределе текучести $\sigma_{0.1}$, коэффициент деформационного упрочнения Θ_{II} , уровень напряжения перед разрушением и пластичность. Во-первых, выделение частиц γ' -фазы приводит к росту $\sigma_{0.1}$

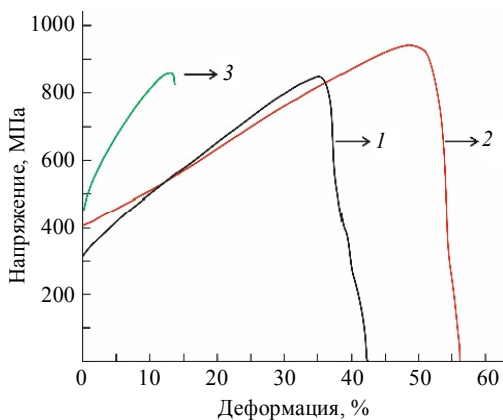


Рис. 1. Кривые течения $[\bar{1}11]$ -монокристаллов сплава FeNiCoCrAl_{0.3} при деформации растяжением при $T = 296$ К: 1 – закалка 1473 К \times 1ч; 2 – старение 893 К \times 50ч; 3 – старение 973 К \times 50 ч

Механические свойства сплава FeNiCoCrAl_{0.3} при деформации растяжением в закаленном и состаренном состоянии при 296 К

Термическая обработка	Механические свойства					
	$m_{ск}$	$\sigma_{0.1}$, МПа	$\tau^{СК} \pm 2$, МПа	Θ_{II} , МПа	δ_{max}	σ_B , МПа
1473 К \times 1ч	0.27	318 \pm 5	85 \pm 2	1520	42	850
893 К \times 50ч		407 \pm 5	110 \pm 2	1250	56	940
973 К \times 50ч		455 \pm 5	123 \pm 2	3100	14	860

на 89 МПа, а выделение частиц β -фазы на 137 МПа относительно закаленных кристаллов (рис. 1, таблица). Во-вторых, частицы γ' -фазы приводят к уменьшению Θ_{II} , и увеличению пластичности на $\sim 15\%$, по сравнению с закаленным состоянием, тогда как выделение частиц β -фазы сопровождается повышением Θ_{II} в 2 раза и уменьшением пластичности в 4 раза относительно закаленного состояния (рис. 1, таблица).

Физическая причина изменения Θ_{II} и пластичности обусловлена влиянием этих частиц на множественность сдвига и дислокационную структуру. Выделение когерентных частиц γ' -фазы приводит к подавлению множественности скольжения и усилению локализации деформации преимущественно в одной системе. При исследовании дислокационной структуры обнаруживаются мощные плоские скопления, по сравнению с закаленными кристаллами. При подавлении множественности скольжения условия для образования шейки смещаются в сторону больших деформаций, и это способствует увеличению пластичности. При выделении некогерентных частиц β -фазы пластическая деформация развивается в нескольких системах, локализации деформации и плоских скоплений дислокаций нет, пластическое течение развивается с высоким Θ_{II} , и как результат этого пластичность падает, условия образования шейки достигаются раньше, чем с частицами γ' -фазы. При этом уровень напряжений перед разрушением достигается, как в закаленном состоянии. Независимо от типа выделившихся частиц кристаллы разрушаются вязко при 296 К.

ЛИТЕРАТУРА

1. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., et al. Microstructures and properties of high-entropy alloys // Progress in Materials Science. – 2014. – V. 61. – P. 1 – 93.
2. Otto F., Dlouhý A., Somsen C., et al. The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy // Acta Mater. – 2013. – V. 61. – P. 5743 – 5755.
3. Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Pobedennaya Z.V., et al. Orientation and temperature dependence of a planar slip and twinning in single crystals of Al_{0.3}CoCrFeNi high-entropy alloy // Materials Science & Engineering A. – 2018. – V. 737. – P. 47 – 60.

Выродова Анна Вячеславовна, студентка; wirodowa@mail.ru

Влияние спин-орбитального взаимодействия и магнетизма на электронную структуру $GdIr_2Si_2$ *

А.Ю. Вязовская

¹Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

²Санкт-Петербургский государственный университет,

г. Санкт-Петербург, Россия

Интерметаллиды на основе редкоземельных и переходных металлов являются платформой для наблюдения таких свойств, как сверхпроводимость, флуктуации валентности, эффект Кондо или квантовое критическое поведение. Фотоэмиссионные исследования систем REY_2Si_2 , где $RE = Eu, Gd, Ho, Yb$ или U , а $Y = Rh, Ru$ либо Co , позволили получить представление об электронной структуре их кремниевой поверхности. Установлено, что электронный спектр этой поверхности демонстрирует наличие поверхностных состояний Шокли в окрестности точки \bar{M} и поверхностных резонансных состояний в точке $\bar{\Gamma}$ [1, 2]. Исследования различных соединений показали зависимость электронной структуры от состава. Так, было показано, что Ir-содержащие соединения демонстрируют более сильное спин-орбитальное расщепление поверхностных состояний [3], чем соединения с Rh [2]. Кроме того, исследование системы $EuIr_2Si_2$ выявило возможность проявления существенных различий в магнитных свойствах объема и поверхности. Также исследования систем с разным направлением магнитных моментов относительно плоскости атомных слоев [2–4] иллюстрирует влияние направления магнитного момента на спиновые расщепления поверхностных состояний. Несмотря на всю привлекательность этих систем, их экспериментальное исследование посредством фотоэмиссионной спектроскопии углового разрешения осложнено необходимостью получения образца высокого качества и получением чистой терминации кристалла без магнитных доменов. Однако в работе [5] было показано, что результаты *ab initio*-расчетов REY_2Si_2 хорошо согласуются с экспериментом. Поэтому целью настоящей работы является исследование влияния спин-орбитального взаимодействия и магнетизма на электронную структуру как в объеме, так и на поверхности для случая сильного спин-орбитального взаимодействия. Расчеты проводились в рамках первопринципных расчетов методом проекционных плоских волн [6], имплементированном в расчетном коде VASP.

* Работа выполнена при поддержке РФФИ в рамках проекта № 19-32-90251.

В результате исследования было показано, что для парамагнитного случая наблюдается только расщепление, вызванное спин-орбитальными эффектами. Поскольку экспериментальные исследования магнитных свойств GdIr_2Si_2 показывают, что магнитный момент лежит в плоскости слоя атомов Gd, в расчетах были рассмотрены два неэквивалентных направления магнитных моментов: $[100]$ и $[110]$. Показано, что когда магнитный момент и симметричное направление в зоне Бриллюэна сонаправлены, наблюдается симметричное расщепление поверхностных состояний. Напротив, когда магнитный момент направлен перпендикулярно симметричному направлению, наблюдается наиболее асимметричное расщепление поверхностных состояний, которое вызвано комбинацией сильного спин-орбитального взаимодействия и магнетизма. Исследование спиновой текстуры выявило наличие у поверхностного состояния в точке \bar{M} кубического эффекта Рашбы, характеризующегося трехкратным вращением спина вдоль контура постоянной энергии. Проведено сравнение электронной структуры с таковой для родственных соединений, выявленные различия объяснены разницей в компонентном составе.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Chikina A., Höppner M., Seiro S., et al.* Strong ferromagnetism at the surface of an antiferromagnet caused by buried magnetic moments // *Nature Communication*. – 2014. – V. 5. – No. 3171. – P. 1–5.
2. *Güttler M., Generalov A., Otrokov M.M., et al.* Robust and tunable itinerant ferromagnetism at the silicon surface of the antiferromagnet GdRh_2Si_2 // *Scientific Reports*. – 2016. – V. 6. – P. 24254.
3. *Schulz S., Nechaev I.A., Güttler M., et al.* Emerging 2D-ferromagnetism and strong spin-orbit coupling at the surface of valence-fluctuating EuIr_2Si_2 // *npj Quantum Materials*. – 2019. – V. 4. – No. 1. – P. 1–8.
4. *Generalov A., Otrokov M.M., Chikina A., et al.* Spin Orientation of Two-Dimensional Electrons Driven by Temperature-Tunable Competition of Spin–Orbit and Exchange–Magnetic Interactions // *Nano letters*. – 2017. – V. 17. – No. 2. – P. 811–820.
5. *Usachov D.Y., Nechaev I.A., Poelchen G., et al.* Observation of a cubic Rashba effect in the surface spin structure of rare-earth ternary materials. – 2020. – 7 p. / arXiv preprint No. 2002.01701.
6. *Bloch I.P.E.* Projector augmented-wave method // *Phys. Rev. B*. – 1994. – V. 50. – P. 17953–17979.

Вязовская Александра Юрьевна, аспирантка, мл. науч. сотр. лаборатории наноструктурных поверхностей и покрытий (ЛНПП) НИ ТГУ, лаборант-исследователь СПбГУ; alex_vyaz93@mail.ru

Биосовместимые пористые сплавы на основе никелида титана с добавками титана, полученные методом диффузионного спекания*

А.С. Гарин, С.Г. Аникеев, Н.В. Артюхова, М.И. Кафтаранова

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) и диффузионного спекания получают пористые материалы на основе никелида титана медицинского назначения. При использовании метода СВС существует возможность эффективного регулирования атомного состава в основном соединении $TiNi$, которое ответственно за реализацию термоупругих мартенситных превращений (МП) в сплаве никелида титана. Известно, что даже обогащение на десятые доли процента по никелю приводит к значительному снижению характеристических температур МП. Однако существуют ограничения использования пористого СВС-сплава $TiNi$ в силу его несоответствия структурным параметрам тканям организма.

Использование гидридно-кальциевого порошка $TiNi$ при создании пористых конструкций на основе сплава никелида титана позволяет избежать многих недостатков СВС-технологии. В результате диффузионного спекания порошковой системы $TiNi$ и активации процессов диффузии, поверхностного и объемного массопереносов возможно создание особой шероховатой террасовидной поверхности стенок пор в пористо-проницаемых материалах на основе никелида титана. Однако, как показали исследования, при высоких конструкционных и прочностных свойствах пористого материала, полученного методом спекания, свойства гистерезисного характера формоизменения не реализуемы при использовании однокомпонентной порошковой смеси $TiNi$, в силу избыточного обогащения матрицы $TiNi$ по Ni . Таким образом, целью работы является исследование возможности использования добавок порошка Ti для коррекции атомного состава в соединении $TiNi$ и их влияния на мартенситные превращения в сплавах на основе никелида титана, полученных методом диффузионного спекания.

Выбранный режим получения пористого сплава на основе никелида титана с добавкой 5 и 10 ат.% Ti характеризуется образованием умеренных и повышенных порций жидкой фазы соответственно. Получен пористый

* Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект 19-79-10045). Электронно-микроскопические исследования проведены на оборудовании Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН.

сплав с качественными межчастичными контактами во всем объеме материала. Однако необходимо отметить, что в сплаве с добавкой 10 ат.% Ti вследствие большого объема расплава, образованного в процессе жидкофазного спекания, наблюдается значительная степень усадки в поперечном направлении. Пористость образцов после спекания для сплавов на основе никелида титана с добавкой 5 ат.% Ti составляет 51 %, что является допустимой величиной для создания пористо-проницаемых имплантатов. В сплавах с добавкой 10 ат.% Ti образуется большее количество расплава и, как следствие, происходит коалесценция мелких пор. В результате наблюдается снижение пористости до 27 %. Получение сплава с 15 ат.% Ti с регулярной пористой структурой невозможно в силу образования избыточного объема расплава в процессе спекания. Высокое содержание порошка Ti приводит к получению практически монолитного материала.

Данные рентгеноструктурного анализа пористых сплавов на основе никелида титана показывают, что в сплаве присутствуют аустенитная фаза TiNi (B2), мартенситная TiNi (B19'), а также вторичные фазы Ti₂Ni, Ti₃Ni₄ и следы фазы TiNi₃. Объемное содержание фаз Ti₂Ni для сплавов TiNi с 5 ат.% Ti составило 12.7 % и для сплава с 10 ат.% Ti – 25.3 %. С двукратным увеличением добавок титана, двукратно возрастает доля частиц, обогащенных по титану. Температуры спекания пористого материала лежат в интервале, способствующем образованию фаз Ti₂Ni, который образуется в результате жидкофазного взаимодействия расплава TiNi и частиц Ti согласно формуле $TiNi+Ti \rightarrow Ti_2Ni$.

Использование различных концентраций добавок Ti позволяет регулировать состав соединения TiNi в разной мере. Добавка 5 ат.% Ti привела к получению химического состава соединения TiNi с 49.14 ± 0.24 ат.% Ti, в то время как в два раза большая добавка Ti позволила повысить количество титана в фазе TiNi лишь до 49.73 ± 0.17 ат.%. Отмеченная особенность может быть объяснена тем, что в сплаве с 10 ат.% Ti большое количество титана расходуется на формирование прослоек на основе фаз Ti₂Ni и Ti₄Ni₂(O, N, C), так как они имеют минимальную энтальпию образования в исследуемой системе Ti–Ni.

Гарин Александр С., студент; stik-020@mail.ru

Аникеев Сергей Геннадьевич, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; anikeev_sergey@mail.ru

Артюхова Надежда Викторовна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; artyukhova_nad@mail.ru

Кафтаранова Мария Ивановна, к.ф.-м.н., науч. сотр. лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; kaftaranovami@gmail.com

Исследование структурно-фазового состава поверхности монокристаллических титановых сплавов при газовой коррозии*

К.М. Дубовиков

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

В биомедицинском направлении NiTi-сплавы используют благодаря свойствам сверхэластичности и биохимической совместимости, которая определяется высокой коррозионной стойкостью или электрохимической пассивностью [1]. Биохимическая совместимость возможна из-за образующегося на поверхности NiTi оксидных слоев титана, препятствующих растворению и проникновению Ni в организм. Фазовый состав окисленной поверхности сильно зависит от температуры и времени обработки [2], поэтому в данной работе исследовалось воздействие высокотемпературного окисления на структурно-фазовый состав поверхности монокристаллических титановых сплавов.

Монокристаллические сплавы TiNi и Ti были получены в индукционной печи в атмосфере аргона. Из полученных слитков были вырезаны пластины для дальнейших исследований. Окисление проводили на воздухе в цилиндрической печи при температуре 1000 °C в течение 5 мин. Поверхности окисленных и исходных образцов исследовали методами рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ShimadzuXRD-6000, оптической металлографии (ОМ) – на микроскопе Axiovert 40 MAT, растровой электронной микроскопии (РЭМ) – на VEGA 3 TESCAN, атомно-силовой микроскопии (АСМ) – со сканирующим зондовым микроскопом NT-MDT и смачивания – с помощью прибора EasyDrop DSA20E.

Рентгеновскую съемку проводили в геометрии скользящего пучка под углом падения 3°. Установлено, что поверхность исходных TiNi-образцов состоит из фаз интерметаллидов TiNi в двух модификациях B2 и B19' и Ti₂Ni, а поверхность исходного Ti-образца – из фазы α-Ti. В результате окисления на воздухе на поверхности TiNi появились фазы оксидов титана с разной степенью окисления (TiO кубической сингонии, TiO₂ в модификации рутил) и фаза свободного Ni. На поверхности Ti после окисления обнаружены фазы α-Ti, TiO₂, Ti₂O₃.

Методами АСМ, оптической микроскопии и РЭМ установлено, что окисление сплавов TiNi и Ti приводит к интенсивному островковому росту

* Результаты были получены в рамках выполнения государственного задания Минобрнауки России, проект № 0721–2020–0022.

окислов титана на поверхности, что ведет к разрыхлению и росту газовой проницаемости. Исходные плоские поверхности стали более шероховатыми, шероховатость TiNi возросла с 0.27 мкм до 0.71 мкм, Ti с 0.28 мкм до 0.36 мкм (рис. 1). Карта поляризации поверхности TiNi после окисления показывает снижение поверхностного потенциала с 0.58 В до -0.21 В, а у титанового сплава с 0.17 до -0.12 В.

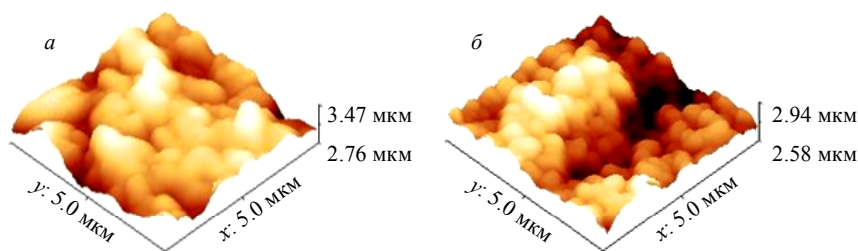


Рис. 1. Изменение шероховатости поверхности окисленных образцов:
а – TiNi, б – Ti

Для хорошей адсорбции и пролиферации клеток необходима высокая свободная поверхностная энергия (СПЭ) и хороший угол смачивания 55–60° [3]. Для измерения краевого угла смачивания поверхности использовался метод сидячей капли. В качестве тестовых жидкостей использовались вода, спирт и формамид. Образец Ti в результате окисления стал более гидрофобным, а значение СПЭ уменьшилось на 63 мДж/м². У TiNi образца после окисления СПЭ увеличилась на 30 мДж/м², а изменение контактного угла смачивания показало, что поверхность стала более гидрофильной.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кучумов А.Г., Лохов В.А, Словиков С.В. и др. Экспериментальное исследование сплавов с памятью формы, использующихся в медицине // Российский журнал биомеханики. – 2009. – Т. 13. – № 3. – С. 7–19.
2. Hansen A., Beltrami L., Antonini L. Oxide formation on NiTi surface: influence of the heat treatment time to achieve the shape memory // Materials Research. – 2015. – No. 18. – P. 1053 – 1061.
3. Yilbas B. Wetting Characteristics of Surfaces Self-Cleaning of Surfaces and Water Droplet Mobility. – Elsevier, 2019. – P. 454.

Дубовиков Кирилл Максимович, студент; kirill_dubovikov@mail.ru

Модель деформационного поведения аддитивных алюминиевых сплавов в рамках микромеханического подхода*

Е.М. Дымнич¹, Е.С. Емельянова^{1,2}

¹ *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия*

² *Национальный исследовательский*

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Технологические особенности получения аддитивных материалов приводят к образованию сложной микроструктуры, характеризующейся наличием границ раздела разного типа и геометрии, механической и кристаллографической текстур. Внутренние границы раздела являются источниками концентрации микронапряжений и локализации деформации, величины которых могут на порядок превышать средний уровень. Это приводит к генерации микродефектов, накопление которых на микроуровне ведет к разрушению материала и конструкции на макроуровне. Анизотропия упруго-пластических свойств аддитивных материалов проявляется на всей иерархии масштабов от микро до макро, что делает деформационный отклик таких материалов трудно прогнозируемым в рамках классических подходов макроскопической механики. Для более глубокого понимания механизмов деформации и разрушения аддитивных материалов необходим анализ деформационных процессов на микро- и мезоуровнях и оценка их вклада в макроскопический отклик. Настоящая работа посвящена разработке микромеханической модели аддитивных алюминиевых сплавов на основе физической теории пластичности кристаллов.

Первый шаг в разработке структурно-механических моделей предполагает генерацию трехмерных микроструктур, описывающих морфологические особенности, характерные для исследуемых материалов. В рамках модельных представлений поликристаллические конгломераты рассматривались как совокупность монокристаллов с различной кристаллографической ориентацией относительно системы координат образца. Модели деформационного отклика зерен были построены на основе физической теории пластичности кристаллов, учитывающей анизотропию упруго-пластических свойств, связанную с кристаллическим строением. Поликристаллические структуры с различной геометрией зерен были сгенерированы методом пошагового заполнения. Метод подразумевает поэтапный рост микроструктуры на сетке в соответствии с заданными геометрическими законами.

* Работа выполнена в рамках проекта РФФИ № 18-501-12020 ННИО-а.

Определяющие соотношения в форме обобщенного закона Гука для анизотропных кристаллов кубической сингонии формулировались для каждого зерна относительно его локальной системы координат. В соответствии с определяющими соотношениями в скоростной форме, напряжения растут пропорционально полной деформации и релаксируют по мере развития пластического течения. Компоненты скоростей пластической деформации, входящие в определяющие соотношения, определялись в рамках физической теории пластичности кристаллов как сумма пластических сдвигов по всем активным системам скольжения.

Трехмерные поликристаллические модели и определяющие соотношения были введены в конечно-элементный пакет ABAQUS с помощью процедуры пользователя VUMAT, разработанной на языке Фортран. Для оптимизации вычислительных затрат моделирование квазистатического деформирования проводилось в динамической постановке. Соответствие расчетных и экспериментальных данных, а также согласие с аналитическими оценками напряжений начала скольжения на системах с различной ориентацией подтвердило корректность модели. Расчеты для модельных структур показали, что разработанная модель позволяет анализировать напряженно-деформированное состояние аддитивных алюминиевых сплавов на микро- и мезомасштабах.

Авторы выражают глубокую благодарность своему научному руководителю В.А. Романовой за полезные дискуссии и ценные замечания.

Дымнич Екатерина, аспирантка; dymnich@ispms.tsc.ru

Емельянова Евгения Сергеевна, аспирантка НИ ТГУ; emelyanova_es13@mail.ru

Влияние формы наконечника индентора на локальное деформационное поведение TiNi-сплава*

Ф.А. Дьяченко¹, А.А. Атовуллаева², Л.Л. Мейснер^{1, 2}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

² Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Анализируя результаты методов испытания на твёрдость вдавливанием различных наконечников, с последующей регистрацией деформационного отклика материала (диаграмм $P-h$ «нагрузки – разгрузки»), можно установить, что характер погружения индентора в поверхностные слои, а также методики расчёта прочностных и упруго-пластических параметров, главным образом зависят от формы и геометрии наконечника индентора [1].

При сопоставлении данных, полученных для одного и того же материала с использованием разных пирамидальных наконечников, в частности пирамид Виккерса (4-гранная алмазная пирамида, половинный угол при вершине $\theta_B = 68^\circ$) и Берковича (3-гранная алмазная пирамида, $\theta_B = 65.3^\circ$), возникает вопрос о возможностях правомерности сравнения экспериментальных результатов. Анализ литературных данных показывает [1], что эти инденторы применяют для анализа механических свойств высокотвёрдых материалов. Они характеризуются практически одинаковой зависимостью площади проекции отпечатка $A_{пр}$ от глубины погружения h благодаря равенству их эквивалентных углов в вершине $\theta_{экв} = 70.3^\circ$ (*под эквивалентным углом понимается полуугол в вершине конуса с такой же связью между глубиной погружения и площадью проекции, что и у обсуждаемых пирамид*). Однако данных, о сравнении экспериментальных результатов, полученных пирамидальными наконечниками разной формы, в литературе недостаточно. В частности, отсутствуют сведения о сравнении параметров, полученных с помощью дополнительных методов анализа диаграмм $P-h$ «нагрузки – разгрузки».

Цель данной работы – исследовать влияние формы наконечника индентора на локальное деформационное поведение TiNi-сплава.

Подробное описание материала, этапов предварительных поверхностных обработок TiNi-образцов, а также описание условий эксперимента по оценке механических свойств методом инструментального индентирования представлено в работах [2, 3].

* Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ №18-19-00198 от 26.04.2018).

В результате исследований было обнаружено следующее. При минимальном нагружении ($P_{\max} = 18$ мН) происходит практически идентичное формирование деформационного отклика материала. Ветви нагружения следуют по одинаковой траектории. Максимальная глубина проникновения близка и составляет $h_{\max} \approx 403$ и 401 нм (в случаях индентора Виккерса и Берковича соответственно). Остаточная глубина отпечатка после разгрузки h_r составляет 162 и 168 нм. Верхняя линейная часть кривой разгрузки, которая, как известно, отражает восстановление отпечатка за счёт упругой деформации, характеризуется близкими размерами: ~ 65 и ~ 57 нм. Однако наклон касательных в данной части кривой разгрузки при использовании разных наконечников имеет небольшое расхождение.

При нагрузке $P_{\max} = 200$ мН, близкой к максимально допустимой при наноиндентировании, для образца TiNi-сплава пирамидой Берковича наблюдаются следующие особенности: 1) на диаграммах, полученных, при достижении максимальной нагрузки, наблюдается площадка, инструментальной причиной которой является выдержка при максимальной нагрузке в течение 5 с; 2) эффект «*pop-out*», обнаруженный практически на всех диаграммах, требует дополнительного исследования. Подобных эффектов на диаграммах, полученных пирамидой Виккерса, не обнаружено.

Таким образом, анализ регистрируемого деформационного отклика одинаково приготовленных образцов TiNi-сплава при использовании наконечников Виккерса и Берковича позволил установить, что при изменении условий нагружения значения h_{\max} и h_r от разных наконечников, при минимальных нагрузках близки, а при максимальных, в небольшой степени отклоняются друг от друга. При этом ветви нагружения и разгрузки имеют одинаковые траектории без резкого изменения форм диаграмм $P-h$.

Анализ построенных диаграмм позволил получить информацию о физико-механических свойствах поверхностных слоёв образцов TiNi-сплава в виде зависимостей величины твёрдости H , модуля продольной упругости Юнга E , характеристики пластичности δ_H и степени восстановления отпечатка η от максимальной глубины проникновения индентора h_{\max} . Установлено, что все сравниваемые зависимости подобны. При этом разность между значениями твёрдости H не превышает ~ 1 ГПа, модуля Юнга – ~ 10 ГПа на глубине до ~ 500 нм и ~ 2 ГПа на глубине более ~ 1 мкм, параметры η и δ_H отличаются не более чем на 5 и 10 % на данных глубинах соответственно.

Из сравнения и анализа полученных экспериментальных данных следует, что деформационные отклики от поверхностных слоёв и характер изменения физико-механических свойств при индентировании наконечниками разной формы подобен на глубине до ~ 1 мкм. Это позволяет сделать заключение, что деформационное поведение поверхностных слоёв

TiNi-сплава при локальных нагрузениях разными наконечниками (Виккерса и Берковича) одинаково. В свою очередь, это означает, что независимо от формы наконечника индентора в локально сдеформированной области создаются одинаковые напряжённно-деформированные состояния.

Таким образом, полученный результат показывает, что действительно можно проводить сравнение полученных экспериментальных данных при индентировании наконечниками Виккерса и Берковича.

Авторы благодарят д.ф.-м.н., ст. науч. сотр. ЛФПЯ ИФПМ СО РАН Шугурова А.Р. и к.ф.-м.н., вед. инженера ЛФМиНМК ИФПМ СО РАН Шулепова И.А. – за проведение испытаний по оценке механических свойств поверхностных слоёв образцов TiNi-сплава.

ЛИТЕРАТУРА

1. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. – М.: Машиностроение, 2009. – 312. с.
2. Дьяченко Ф.А., Мейснер С.Н., Яковлев Е.В. Влияние плотности энергии электронного пучка на изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник трудов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых учёных. – Томск: Изд-во ТПУ, 2019. – С. 136–138.
3. Дьяченко Ф.А., Атовуллаева А.А., Мейснер Л.Л. Упруго-пластические свойства поверхностных Ti-Ni-Ta- и Ti-Ni-Nb-сплавов, синтезированных на TiNi-подложках аддитивным электронно-пучковым способом // Междисциплинарные проблемы аддитивных технологий: сб. тезисов V Всероссийского научного семинара. – Томск, 2019. – С. 29–30.

Дьяченко Филипп Анатольевич, аспирант; frozennonetroll@mail.ru

Атовуллаева Асия Анваровна, студентка; sagittarius.a16@gmail.com

Мейснер Людмила Леонидовна, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр. лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий (ЛМППиН) ИФПМ СО РАН; llm@ispms.tsc.ru

Влияние плотности энергии электронного пучка на изменение механических свойств поверхностного слоя никелида титана

Ф.А. Дьяченко¹, А.А. Атовуллаева², Л.Л. Мейснер^{1,2}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

² Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Применение импульсных низкоэнергетических сильноточных электронных пучков (НСЭП) позволяет выглаживать поверхность, гомогенизировать поверхностный слой, модифицировать структуру и соответственно изменять механические свойства поверхностных слоёв у металлических материалов на глубину не более ~ 10 мкм [1]. Однако воздействие НСЭП-обработок с большим числом импульсов воздействия n может негативно повлиять на функциональные свойства на основе эффектов памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ) миниатюрных изделий из TiNi-сплава. В частности, это может быть связано с наличием остаточных внутренних упругих напряжений в поверхностных слоях, возникающих в результате НСЭП-обработок [2].

Можно предположить, что применение режима НСЭП-обработок с небольшим числом импульсов воздействия n при варьировании величины плотности энергии электронного пучка E_s вблизи порога плавления TiNi-сплава позволит модифицировать поверхностный слой без критических изменений механических свойств TiNi-сплава, в том числе ЭПФ-СЭ.

Цель данной работы – исследовать влияние плотности энергии электронного пучка E_s на изменение механических свойств поверхностного слоя никелида титана.

В данной работе использованы образцы, изготовленные из промышленного сплава на основе TiNi марки TN1 (ООО «Промышленный центр МАТЕК-СПФ», Россия). Химический состав сплава: Ti–55.08Ni–0.051C–0.03O–0.002N (вес. %). Сплав выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Образцы, размерами $10 \times 10 \times 1$ мм, вырезаны методом лазерной резки из горячекатаного листового проката. Этапы предварительных поверхностных обработок TiNi-образцов описаны в работе [3].

Модификация поверхности образцов TiNi-сплава проведена на автоматизированной электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав, Россия») [4]. Электронно-пучковая модификация поверхности образцов TiNi-сплава проведена при следующих параметрах: число импульсов воздействия $n = 5$, длительности воздействия $t = 2\text{--}2.5$ мкс,

плотность энергии электронного пучка E_e изменялась и составляла: 1.1, 1.7, 2.7 и 3.7 Дж/см².

Исследование механических свойств модифицированных поверхностных слоёв проведено методом инструментального индентирования на установке Nano Hardness Tester (CSM NHT, Швейцария) ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). В ходе эксперимента получена серия P - h -диаграмм «нагрузки – разгрузки», в виде зависимостей прикладываемой нагрузки P от глубины погружения индентора h , которые представляют информацию о характере деформации поверхностных слоёв материала под индентором.

По методике Оливера – Фарра [5], были определены значения твёрдости H и модуля Юнга E :

$$H = \frac{P_{\max}}{k \cdot h_c^2}, \quad (1)$$

где k – коэффициент, зависящий от формы индентора (для индентора Виккерса $k = 24.504$); h_c – истинная глубина отпечатка;

$$E = \frac{1 - \nu_m}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i}{E_i}}, \quad (2)$$

где ν_m – коэффициент Пуассона материала, E_i и ν_i – соответственно модуль Юнга и коэффициент Пуассона наконечника индентора.

Параметр пластичности δ_H модифицированного поверхностного слоя, который характеризует склонность материала внутри этого слоя необратимо деформироваться под действием нагрузки P , оценивали, используя методику [6], по формуле:

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где ν – коэффициент Пуассона, HV – твёрдость по Виккерсу, рассчитанная из соотношения [5]:

$$HV = 0,0945 \times H. \quad (4)$$

Неупругие свойства поверхностного слоя оценивали, используя параметр η , характеризующий степень восстановления отпечатка индентора [7]:

$$\eta = \frac{h_{\max} - h_{\text{plastic}}}{h_{\max}} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где h_{\max} – максимальная глубина проникновения индентора при P_{\max} , h_{plastic} – остаточная глубина отпечатка после снятия нагрузки.

Результаты исследования показали, что в образцах после НСЭП-обработок толщина модифицированного поверхностного слоя, в котором наблюдается упрочнение, составляет ~500 нм. Установлено что НСЭП-обработка в выбранных режимах не приведет к подавлению эффектов памяти формы и сверхэластичности, в силу локализации изменения механических свойств в тонком поверхностном слое толщиной не более ~1 мкм.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Ротштейн В.П. и др.* Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками. – Новосибирск, 2019. – 347 с.
2. *Мейснер Л.Л. и др.* Анализ методами рентгеновской дифрактометрии градиента внутренних напряжений в никелиде титана после электронно-пучковой обработки поверхности // Физическая механика. – 2012. – № 15. – С. 79–89.
3. *Дьяченко Ф.А., Атовуллаева А.А., Яковлев Е.В.* Влияние плотности энергии электронного пучка на изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана // Перспективы развития фундаментальных наук. – Томск: Изд-во ТПУ, 2019. – С. 136–138.
4. *Марков А.Б. и др.* Установка РИТМ–СП для формирования поверхностных сплавов // ПТЭ. – 2011. – № 6. – С. 122–126.
5. *Oliver W.C., Pharr G.M.* Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. – 2004. – V. 19. – Iss. 1. – P. 3–20.
6. *Milman Yu.V.* Plasticity characteristic obtained by indentation // J. Physics D: Applied Physics. – 2008. – V. 41. – 074013 (1-9).
7. *Crone W.C. et al.* Shape Recovery after Nanoindentation of NiTi Thin Films // Proceedings of the SEM Annual Conference on Experimental Mechanics. – 2003. – P. 1–6.

Дьяченко Филипп Анатольевич, аспирант; frozennonetroll@mail.ru

Атовуллаева Асия Анваровна, студентка; sagittarius.a16@gmail.com

Мейснер Людмила Леонидовна, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр. лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий (ЛМППиН) ИФПМ СО РАН; lln@ispms.tsc.ru

Численный анализ влияния размера зерна и текстуры на локализацию пластической деформации и деформационный рельеф в поверхностно-модифицированном титане*

Е.С. Емельянова

¹ *Национальный исследовательский*

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

² *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия*

В рамках современных научных представлений важнейшая роль в формировании деформационного поведения материалов под нагрузкой отводится микроструктуре. Внутренние границы раздела являются источниками концентрации микронапряжений и локализации деформации, величины которых могут на порядок превышать средний уровень. Это приводит к генерации микродефектов, необратимое накопление которых на микроуровне неизбежно ведет к разрушению материала и конструкции на макроуровне. Анизотропия упруго-пластических свойств поверхностно-модифицированных материалов проявляется на всей иерархии масштабов от микро до макро, что делает деформационный отклик таких материалов труднопрогнозируемым в рамках классических подходов макроскопической механики. Для более глубокого понимания механизмов деформации и разрушения необходим анализ деформационных процессов на микро- и мезоуровнях и оценка их вклада в макроскопический отклик образцов.

Настоящая работа посвящена исследованию деформационного поведения микрообъемов поверхностно-модифицированного поликристаллического титана в рамках подхода физической мезомеханики, предполагающего учет физических механизмов пластической деформации на микроуровне, с одной стороны, и морфологических особенности микроструктуры (размера зерен и их пространственного распределения), с другой стороны. В работе проведено численное исследование влияния двух факторов – размера зерен и текстуры поверхностного слоя – на локализацию пластической деформации, эволюцию напряженно-деформированного состояния и деформационного рельефа в поликристаллическом титане.

Трехмерные модели микроструктур, учитывающих морфологию и кристаллографические ориентации зерен, были сгенерированы методом пошагового заполнения. Определяющие соотношения, описывающие упруго-

* Работа выполнена в рамках государственной Программы фундаментальных научных исследований РАН на 2013–2020 гг.

пластическое поведение зерен, построены с использованием моделей анизотропной упругости и физической теории пластичности кристаллов. Краевые задачи в динамической постановке решались численно, методом конечных элементов.

Во всех образцах можно выделить 2 характерных масштаба деформационного рельефа: «апельсиновая корка» («orange peel pattern»), образованная смещениями отдельных зерен, и мезомасштабные складки, образованные в результате коллективных смещений групп зерен. Размер впадин микро-рельефа напрямую связан с размером зерна в поверхностном слое: чем мельче зерна, тем меньше впадины и тем больше их количество. В моделях с крупным зерном наблюдается хорошо выраженный деформационный рельеф на мезоуровне в виде складок, лежащих перпендикулярно оси нагружения. Уменьшение размера зерна в поверхностном слое приводит к образованию волнистости поверхности. Размер зерна также влияет на структуру мезомасштабных полос сдвига: чем меньше размер зерна, тем тоньше сеть сдвиговых полос.

Показано, что базисная текстура отвечает за ориентацию мезомасштабных полос сдвига. Пластическая деформация локализуется под углом около 45° в образце с базисной текстурой поверхностного слоя и перпендикулярно к оси нагрузки в образце без текстуры. Поскольку зерна с базисной текстурой не способны пластически деформироваться перпендикулярно поверхности, то основным механизмом пластической деформации является сдвиг в плоскости. Таким образом, базисная текстура поверхностного слоя подавляет шероховатость поверхность на уровне зерен и на мезоуровне.

Дополняя друг друга, измельчение зерна и базисная текстура в поверхностном слое подавляют деформационный рельеф как на микро-, так и на мезоуровне. Размер зерна оказывает меньшее влияние на формирование деформационного рельефа, по сравнению с текстурой.

Емельянова Евгения Сергеевна, аспирантка НИ ТГУ; emelyanova_es13@mail.ru

Сверхэластичность и эффект памяти формы в состаренных под и без нагрузкой монокристаллах высоконицелевых сплавов Ti-Ni*

М.В. Жердева, Е.Е. Тимофеева,
Е.Ю. Панченко, Ю.И. Чумляков

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Сплавы на основе TiNi с термоупругими мартенситными превращениями (МП), проявляющими эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ), широко применяются в различных областях промышленности и медицины. В сплавах TiNi для изменения температур МП, управления функциональными свойствами, упрочнения высокотемпературной фазы применяется старение при температурах 673 – 823 К [1]. Данная работа посвящена исследованию влияния старения в свободном состоянии и под нагрузкой на эффект памяти формы и сверхэластичности высокопрочных монокристаллов Ti – 51.5 ат.% Ni.

Монокристаллы выращены методом Бриджема в атмосфере инертного газа. После роста монокристаллы подвергали высокотемпературному отжигу при 1253 К, 1 ч с последующей закалкой в воду для получения однородной однофазной структуры. Для исследования проводили старение при следующих режимах: старение при 823 К 1 ч в вакууме в свободном состоянии и старение при 823 К 1 ч в вакууме под сжимающей нагрузкой 150 МПа, приложенной вдоль <111>-направления.

Старение приводит к выделению частиц Ti₃Ni₄ размером порядка 600 нм. При старении в свободном состоянии выделяется 4 варианта частиц, при старении под нагрузкой – 1 вариант частиц.

В таблице приведены характеристические температуры МП для состаренных монокристаллов.

**Характеристические температуры МП
для состаренных монокристаллов Ti – 51.5Ni (ат. %)**

Способ старения	M_s , К	M_f , К	A_s , К	A_f , К	T_R , К
Без нагрузки	262	227	301	318	319
Под нагрузкой	263	235	302	329	320

* Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда № 18-19-00298.

На рис. 1 представлены кривые $\sigma(\epsilon)$ для монокристаллов после обоих режимов старения.

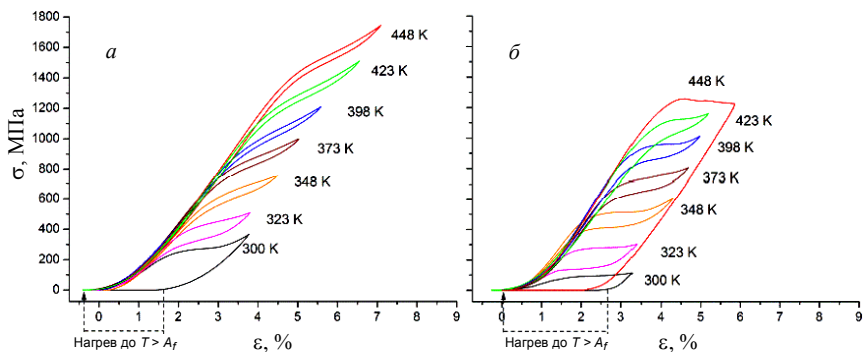


Рис. 1. Кривые $\sigma(\epsilon)$ для монокристаллов Ti – 51.5Ni (ат. %), состаренных:
a – без нагрузки; *б* – под нагрузкой

Из графиков видно, что при температуре 300 К реализуется ЭПФ. Исходным состоянием монокристалла является мартенсит (самоаккомодирующая структура), так как $300\text{ К} < A_f$. Под нагрузкой происходит переориентация мартенситных вариантов в один вариант, благоприятно ориентированный по отношению к внешней нагрузке. С этим процессом связана деформация, которая является обратимой только при нагреве. Для получения обратного МП при снятии нагрузки требуется нагреть монокристалл до $T > A_f$ [2]. Иными словами реализуется ЭПФ.

При повышении температуры до 323 К исходное состояние изменяется на аустенит и приложение нагрузки вызывает МП с образованием ориентированного мартенсита. Снятие нагрузки индуцирует обратное МП и происходит снятие заданной деформации, т.е. реализуется эффект СЭ. С ростом температуры испытания кривые $\sigma(\epsilon)$ при развитии СЭ изменяются: увеличиваются критические напряжения, необходимые для начала МП, уменьшается механический гистерезис в монокристаллах после обоих режимов старения.

Из рисунков видно, что при температуре 448 К в монокристалле, состаренном под нагрузкой, обратимость не наблюдается. Отсюда следует, что СЭ в данном образце развивается в температурном интервале от 323 до 423 К. В образце, состаренном в свободном состоянии, СЭ обнаружена и при 448 К.

Приложение нагрузки в ходе старения приводит, во-первых, к увеличению температуры начала МП [3, 4]. В монокристаллах, состаренных под

нагрузкой, дальнедействующие поля напряжений, которые возникают от ориентированно расположенных частиц Ti_3Ni_4 , способствуют образованию мартенсита и, в соответствии с уравнением Клапейрона – Клаузиуса [2], приводят к повышению температур МП (таблица). Во-вторых, в монокристаллах, состаренных под нагрузкой, при развитии СЭ кривые $\sigma(\epsilon)$ характеризуются более низким коэффициентом деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\epsilon = (9-50) \cdot 10^2$ МПа, в отличие от кристаллов, состаренных в свободном состоянии, где $\theta = d\sigma/d\epsilon = (19-133) \cdot 10^2$ МПа.

Перечисленные изменения связаны с различным количеством вариантов дисперсных частиц Ti_3Ni_4 и их расположением [5]. Электронно-микроскопические исследования показывают, что после старения в свободном состоянии выделяются 4 варианта дисперсных частиц, которые расположены на различных расстояниях от 50 мкм до 600 нм, что способствует развитию МП в широком интервале напряжений (высокому коэффициенту $\theta = d\sigma/d\epsilon$). С другой стороны, сами частицы могут приводить к образованию неориентированного мартенсита.

Нагрузка, приложенная в ходе старения, приводит к выделению одного варианта частиц, которые предположительно смыкаются, образуя ансамбли параллельных пластин. Такая морфология приводит к более однородному развитию МП под нагрузкой без образования неориентированного варианта мартенсита.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Гюнтер В.Э.* Никелид титана. Медицинский материал нового поколения. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 2006. – 296 с.
2. *Лободюк В.А., Коваль Ю.Н., Пушин В.Г.* Кристаллоструктурные особенности предпеходных явлений и термоупругих мартенситных превращений в сплавах цветных металлов // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т. 111. – № 2. – С. 169–194.
3. *Отцука К., Симидзу К., Судзуки Ю.* Сплавы с эффектом памяти формы. – М.: Металлургия, 1990. – 224 с.
4. *Хунджуа А.Г.* Эффект памяти формы и сверхупругость. – М.: Физический факультет МГУ, 2010. – 32 с.
5. *Пушин В.Г. и др.* Сплавы никелида титана с памятью формы. Часть 1. Структура, фазовые превращения и свойства. – Екатеринбург: УрО РАН, 2006. – 438 с.

Жердева Мария Валериевна, студентка, техник лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ; zhmv98@mail.ru

Тимофеева Екатерина Евгеньевна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ

Панченко Елена Юрьевна д.ф.-м.н., доцент, вед. науч. сотр. лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ

Чумляков Юрий Иванович, д.ф.-м.н., профессор, зав. лабораторией физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ

Исследование влияния диборида титана и эрбия на структуру и механические свойства алюминиевого сплава АМг5*

Н.И. Кахидзе, А.А. Ахмадиева, Н.Р. Гизатулина,
М.А. Селиховкин, В.Д. Валихов

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Разработка и исследование новых высокопрочных алюминиевых сплавов по-прежнему является актуальной задачей современного машиностроения [1]. В связи с этим особый интерес представляет изучение закономерностей влияния различных добавок в структуру алюминиевых сплавов на их механические характеристики.

В настоящей работе проведены исследования сплавов алюминия на основе АМг5, полученных литьем в кокиль. В качестве модификаторов и упрочняющих частиц структуры алюминия выступали частицы TiB_2 и лигатуры системы Al-Er. Было получено 8 партий отливок: исходные с ультразвуковой обработкой и без; с лигатурами, содержащими Er, полученными методом гидрирования редкоземельных металлов (РЗМ) [2]; с лигатурами, содержащими TiB_2 , полученными методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [3]. Лигатур с TiB_2 было синтезировано 5 видов, отличных друг от друга в соотношении используемых порошков и соответственно в протекании экзотермической реакции: у трёх видов лигатур продуктами для СВС были порошки алюминия, титана и бора, в результате образуется диборид титана и интерметаллидная матрица фаз Ti-Al, а исходными продуктами СВС-реакции для двух других типов лигатур были порошки титана и бора, в результате был получен диборид титана, который в последствии смешивался с порошком алюминия. Для увеличения смачиваемости частиц TiB_2 применялась ультразвуковая обработка расплава (УЗО) [4].

Плотность полученных отливок определялась методом гидростатического взвешивания. Средний размер зерна определяли методом случайных секущих по изображениям микроструктуры, полученным на оптическом микроскопе. Металлографические шлифы для исследования микроструктуры были подготовлены с применением электролитического травления в растворе тетрафтороборной кислоты. Твёрдость исследуемых сплавов определялась на твердомере Duramin-500 A75 по методу Бринелля с нагрузкой 250 кг на стальной сферический индентор диаметром 5 мм. Экспери-

* Исследование сплавов Al-Mg выполнено за счет Гранта Президента Российской Федерации (МК-506.2019.8).

менты на растяжение плоских образцов проводились на испытательной машине Instron 3369 при скорости траверсы 0.2 мм/мин.

Плотность сплавов, полученных без обработки расплава ультразвуковым полем, составила 2.58 г/см³, а полученных отливок с УЗО расплава – 2.65 г/см³. Средний размер зерна у исходного (без введения модификаторов) сплава АМг5 составил 372 мкм и уменьшился до 250 мкм после применения УЗО расплава (табл. 1). При введении лигатур с TiB₂ № 1, № 2, № 3 средний размер зерна получаемых сплавов уменьшился с 250 до 164, 163 и 158 мкм соответственно. При введении лигатур с TiB₂ № 4, № 5 средний размер зерна уменьшился с 250 до 152 и 182 мкм соответственно. У сплавов, содержащих Er, средний размер зерна составил 507 мкм. Твёрдость исходного сплава составила 65 НВ и уменьшилась до 58 НВ после применения УЗО расплава. Твёрдость модифицированных сплавов практически не изменилась в сравнении с исходным сплавом и составила от 59 до 65 НВ.

Таблица 1

Сводные данные исследуемых сплавов

Номенклатура	Метод получения лигатуры	УЗО	Ср. р-р зерна, мкм	Твёрдость, НВ
АМг5	-	-	372	65
АМг5	-	+	250	58
АМг5+ Er	Гидрирование РЗМ	-	507	64
АМг5+ TiB ₂ (1)	СВС из Al, Ti, В	+	164	64
АМг5+ TiB ₂ (2)	СВС из Al, Ti, В	+	163	59
АМг5+ TiB ₂ (3)	СВС из Al, Ti, В	+	158	64
АМг5+ TiB ₂ (4)	СВС из Ti, В + порошок Al	+	152	60
АМг5+ TiB ₂ (5)	СВС из Ti, В + порошок Al	+	182	62

Условный предел текучести ($\sigma_{0.2}$), временное сопротивление разрушению (σ_b) и максимальные деформации (ϵ_{max}) сплава АМг5, полученного без УЗО расплава, составили 52, 152 МПа и 12 % соответственно (табл. 2). Ультразвуковая обработка расплава не оказала заметного влияния на механические характеристики получаемых сплавов: условный предел текучести составил 57 МПа, временное сопротивление 155 МПа, максимальные деформации 11.5 %. При введении в расплав частиц TiB₂ наблюдается заметное увеличение механических свойств получаемых отливок. У сплава, модифицированного лигатурой № 1, увеличиваются условный предел текучести с 57 до 74 МПа, временное сопротивление со 155 до 192 МПа и максимальные деформации с 11.5 до 14.5 %. У сплавов, содержащих лигатуры № 2 и 3, условный предел текучести составил 71 и 69 МПа, временное сопротивление 192 и 201 МПа, максимальные деформации 14.5 и 18.8 % соответственно. При модификации сплава АМг5 лигатурой № 4 наблюдается увеличение условного

предела текучести и временного сопротивления до 75 и 191 МПа соответственно при максимальных деформациях 12 %. У сплава с лигатурой № 5 условный предел текучести и временное сопротивление составили 66 и 194 МПа соответственно, максимальные деформации 18 %.

Т а б л и ц а 2

Результаты квазистатического растяжения исследуемых сплавов

Номенклатура	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	ϵ_{max} , %
AMr5 без УЗО	52	152	12
AMr5	57	155	11.5
AMr5+ TiB ₂ (1)	74	192	14.5
AMr5+ TiB ₂ (2)	71	201	18.8
AMr5+ TiB ₂ (3)	69	200	17.8
AMr5+ TiB ₂ (4)	75	191	12
AMr5+ TiB ₂ (5)	66	194	18

Таким образом, ультразвуковая обработка расплава способствует корректному введению диборида титана в матричный расплав, что обеспечивает измельчение зеренной структуры литого алюминиевого сплава и, как следствие, увеличение механических характеристик.

ЛИТЕРАТУРА

1. Greer A.L., Cooper P.S., Meredith M.W., Schneider W., Schumacher P., Spittle J.A., Tronche A. Grain refinement of aluminum alloys inoculation // *Advanced Engineering Materials*. – Wiley Interscience, 2003. – V. 5(1–2). – P. 81–91.
2. Казанцева Л.А., Косова Н.И., Пичугина А.А., Владимиров А.А., Сачков В.И., Сачкова А.С., Курзина И.А. Получение высокопрочных сплавов методом компактирования с последующим дегидрированием // Сб. тезисов докладов сателлитной конференции XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. 16–20 мая 2016 г. – Волгоград: Изд-во ВолГУ, 2016. – С. 229–230.
3. Жуков И.А., Зиатдинов М.Х., Ворожцов А.Б., Жуков А.С., Ворожцов С.А., Промахов В.В. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез боридов Al и Ti // *Изв. вузов. Физика*. – 2016. – № 8. – С. 177–178.
4. Данилов П.А., Хрусталева А.П., Ворожцов А.Б., Жуков И.А., Промахов В.В., Хмелева М.Г., Пикуцак Е.В., Кветинская А.В. Анализ влияния внешних физических воздействий на процессы литья легких сплавов // *Вестник Томского государственного университета. Математика и механика*. – 2018. – № 55 – С. 84–98.

Кахидзе Николай Иверьевич, магистрант ФТФ ТГУ, инженер-исследователь лаборатории нанотехнологий металлургии ТГУ; nick200069@yandex.ru

Ахмадиева Анастасия Алексеевна, студентка ФТФ ТГУ; nas99.9@yandex.ru

Гизатулина Наиля Рашидовна, студентка ФТФ ТГУ; nailya_99ggg@mail.ru

Селиховкин Михаил Александрович, студент ФТФ ТГУ, лаборант НИЛ высокоэнергетических и специальных материалов ФТФ ТГУ; Mishselikh@gmail.com

Валихов Владимир Данилович, магистрант ФТФ ТГУ, лаборант НИЛ высокоэнергетических и специальных материалов ФТФ ТГУ; valihov.snobls@gmail.com

Исследование механического поведения при статическом сжатии и растяжении металлических конструкций с топологией трижды периодических поверхностей минимальной энергии, полученных с помощью аддитивных технологий

М.П. Козадаева¹, М.А. Сурменова¹, Р.А. Сурменев¹,
Л.А. Леонова¹, Д.А. Храпов¹, А.В. Панин¹, А.В. Коптюг²

¹ *Национальный исследовательский*

Томский политехнический университет, г. Томск, Россия

² *Средне-Шведский университет (Mittuniversitetet), Швеция*

Создание и внедрение имплантатов, способных замещать или восстанавливать дефекты костной ткани, является актуальной проблемой мультидисциплинарных исследований. В данной области хорошо себя показали титановые сетчатые конструкции. Целью изготовления таких структур является создание подходящей среды для врастания тканей и достижение определенных механических свойств. Использование аддитивных технологий, в частности метода электронно-лучевой плавки (ЭЛП), для производства изделий для медицины позволяет создавать из металла конструкции сложных форм с системой взаимосвязанных пор в более короткие сроки. Форма пор существенно влияет на механические характеристики изделия [1]. Трижды периодические поверхности минимальной энергии (ТППМЭ) – математически определенная непрерывная бесконечно повторяющаяся в трёх измерениях структура с минимальной поверхностью [2]. Использование топологии ТППМЭ в конструкциях имплантатов оптимизирует технологию производства с использованием аддитивных технологий, позволяет математически контролировать такие параметры, как пористость, размер и форма пор, взаимосвязь между порами, получать изделия с повышенными биомеханическими свойствами и возможностью более равномерного распределения клеток при врастании [3]. Проведение механических испытаний является важнейшим этапом разработки имплантатов.

Первым этапом разработки было компьютерное моделирование структуры гироида, с использованием программ Mathematica и MeshLab. Гироидные Ti6Al4V-структуры с пористостью 75.86 % были изготовлены на установке для послойного электронно-лучевого плавления ARCAM A2 EBM (Мельндаль, Швеция) в стандартном режиме «melt multibeam». Топографический анализ осуществлялся с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Quanta 200 3D, FEI. Механические испытания на сжатие и растяжения проводились на установках INSTRON 3369 и INSTRON 5582 соответственно.

Структура имеет взаимосвязанную систему поровых каналов. Это свойство имеет большое значение для врастания костной ткани и транспортировки питательных веществ. На поверхности и внутри каналов конструкции не наблюдается приплавленных частиц порошка металла, по сравнению с образцами, полученными методом ЭЛП авторами [3, 4]. Наличие отдельных частиц порошка на поверхности конструкций недопустимо при использовании их в медицине, а также из-за отрицательного влияния на механические свойства. Стенки образца имеют слоистую структуру без видимых пор внутри стенок, что является результатом полного сплавления частиц порошка (рис. 1).

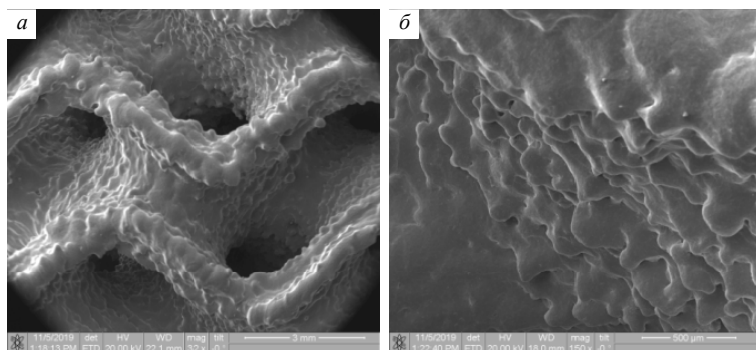


Рис. 1. Снимки СЭМ образца сплава титана с топологией ТППМЭ, полученного послойным электронно-лучевым плавлением

На кривой деформации образца при статическом сжатии (рис. 2, *а*) выделяются участки упругой деформации, пластического течения и резкого падения и последующего нарастания нагрузки после достижения предела прочности, что свидетельствует о послойном разрушении при сжатии. Диаграмма растяжения (рис. 2, *б*) соответствует типичной кривой растяжения для пластично-хрупких материалов, так как на ней отсутствует площадка текучести. Такие материалы могут развивать значительную деформацию под нагрузкой. Механические характеристики образца при соосных сжатии и растяжении приведены в таблице. Модуль упругости образцов при сжатии и растяжении соответственно равен 1.40 и 1.25 ГПа.

Механические свойства структур с топологией ТППМЭ, полученных с применением метода ЭЛП, начали изучаться сравнительно недавно. Для алмазных и ромбических гиридных структур с пористостью от 82 до 87 % были получены значения предела текучести в диапазоне 11–70 МПа, а модуля упругости – 0.4–1.38 ГПа [3].

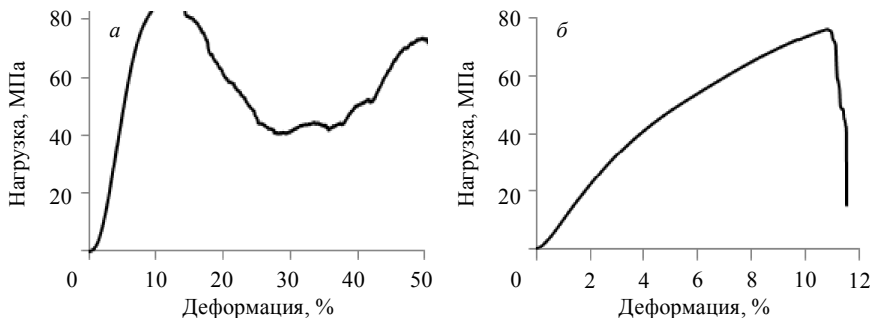


Рис. 2. Кривые деформации образца сплава титана с топологией ТППМЭ, полученного послойным электронно-лучевым сплавлением: *а* – при сжатии, *б* – при растяжении

Механические свойства образцов сплава и кости [3]

Структура	Испытания	Модуль Юнга, ГПа	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа
ТППМЭ	Сжатие	1.40	87.78	66.31
	Растяжение	1.25±0.21	75.52±1.59	33.67±4.56
Кортикальная кость	–	3–30	100–230	103–222
Губчатая кость	–	0.02–0.7	2–15	0.8–11.6

ЛИТЕРАТУРА

1. Savio G., Rosso S., Meneghello R., Concheri G. Geometric modeling of cellular materials for additive manufacturing in biomedical field: a review // Applied Bionics and Biomechanics. – 2018. – V. 3. – P. 1–14.
2. Blanquer S.B.G, Werner M., Hannula M., et al. Surface curvature in triply-periodic minimal surface architectures as a distinct design parameter in preparing advanced tissue engineering scaffolds // Biofabrication. – 2017. – V. 9. – P. 1–12.
3. Ataee A., Li Y., Fraser D., et al. Anisotropic Ti-6Al-4V gyroid scaffolds manufactured by electron beam melting (EBM) for bone implant applications // Materials and Design. – 2018. – V. 137. – P. 345–354.
4. Hrabec N.W., Heintl P., Flinn B., et al. Compression-compression fatigue of selective electron beam melted cellular titanium (Ti-6Al-4V) // J. Biomedical Materials Research. – 2011. – V. 99 B. – P. 313–320.

Козадаева Мария Павловна, студентка; mariakoz71@gmail.com

Сурменева Мария Александровна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр.; surmenevamaria@mail.ru

Сурменев Роман Анатольевич, к.ф.-м.н., доцент; rsurmenev@mail.ru

Леонова Лилия Александровна, к.т.н., доцент; leonovala@tpu.ru

Храпов Дмитрий Алексеевич, аспирант; cheshirskyvolk@mail.ru

Панин Алексей Викторович, д.ф.-м.н., профессор, зав. лабораторией физики поверхностных явлений ИФПМ СО РАН; pav@ispms.tsc.ru

Коптюг Андрей Валентинович, PhD, профессор; andrey.koptyug@miun.se

Численное исследование механического поведения биологических тканей при одноосном сжатии*

А.А. Лапшина

Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Заболевания и травмы опорно-двигательного аппарата являются основными факторами, приводящими к инвалидности, согласно данным Всемирной организации здравоохранения. Наиболее распространенными являются заболевания, поражающие суставы и костную ткань [1]. Для лечения функциональных нарушений, приводящих к снижению прочности костной ткани, наиболее эффективно использовать совместно медикаментозное и немедикаментозное лечение (лечебная физкультура) [2]. Однако в настоящее время для установления оптимальных физических нагрузок теоретических данных недостаточно.

Изучение механического поведения биоматериалов, в частности влияния нагружений на их прочность, при проведении натуральных экспериментов имеет существенные ограничения как с точки зрения этики, так и с технической стороны. Для более точного исследования в настоящее время активно используются методы компьютерного моделирования, которые позволяют более корректно определить эффективные характеристики биологических тканей.

Таким образом, целью данной работы является проведение численного исследования механического поведения костной и хрящевой ткани при одноосном сжатии.

При проведении тестовых расчетов была использована модель упругой среды в рамках метода подвижных автоматов (МПА). В этом методе моделируемая система представляет собой ансамбль взаимодействующих автоматов (элементов), имеющих конечный размер. Преимущество МПА, в сравнении с методами механики сплошной среды, заключается в возможности прямого моделирования процессов разрушения [3].

Для определения параметров функции отклика подвижных клеточных автоматов строились кубические образцы костной губчатой и кортикальной ткани, а также хрящевой с ГЦК-упаковкой автоматов (рис. 1), которые подвергались одноосному сжатию с заданием различных скоростей. Размер

* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-08-00818.

подвижного клеточного автомата составлял $d = 625$ мкм. Размер стороны кубического образца был равен $80d$ (5 см).

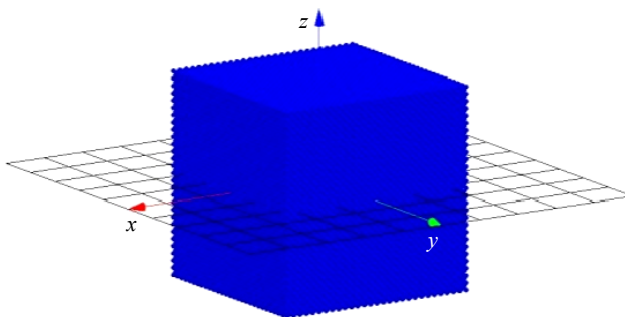


Рис. 1. Вид кубического образца

Для тестовых расчетов образцов костной губчатой ткани были выбраны следующие значения параметров: плотность $\rho = 600$ кг/м³, модуль сдвига $G = 1.32$ ГПа, модуль упругости $K = 3.3$ ГПа. Предел прочности материала на сжатие 35 МПа.

Для образцов костной кортикальной ткани: плотность $\rho = 1850$ кг/м³, модуль сдвига $G = 5.77$ ГПа, модуль упругости $K = 12.5$ ГПа. Предел прочности на сжатие – 35 МПа.

Для образцов хрящевой ткани: плотность $\rho = 1000$ кг/м³, модуль сдвига $G = 1.72$ ГПа, модуль упругости $K = 16.7$ МПа. Предел прочности на сжатие 10 МПа.

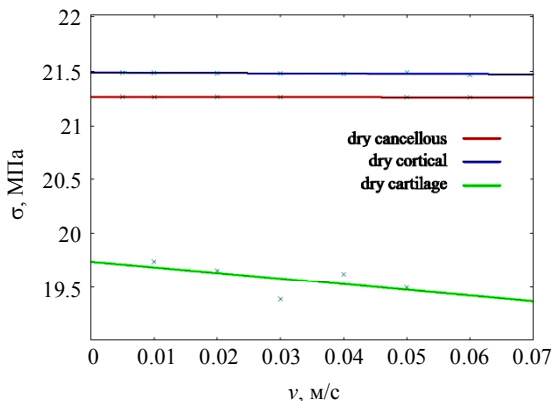


Рис. 2. График зависимости $\sigma(\nu)$

На основе расчётных данных были построены графики зависимости критического напряжения (рис. 2) и модуля Юнга (рис. 3) от скорости нагружения.

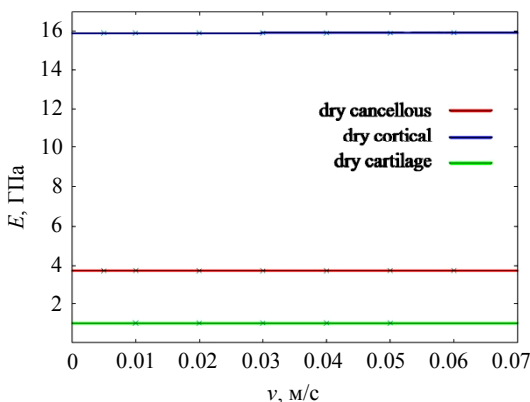


Рис. 3. График зависимости $E(v)$

По результатам моделирования было установлено, что образцы имеют хрупкий тип разрушения. Были определены эффективные упругие характеристики материалов. Зависимость предела прочности и модуля упругости от скорости нагружения имеет линейный вид.

ЛИТЕРАТУРА

1. Информационные бюллетени ВОЗ. <https://www.who.int/ru/news-room/fact-sheets/detail/musculoskeletal-conditions> (дата обращения: 25.11.2019).
2. Ji X., Zhang H. Current strategies for the treatment of early stage osteoarthritis // *Frontiers in Mechanical Engineering*. – 2019. – No. 5.
3. Псахье С.Г., Остермайер Г.П., Дмитриев А.И., Шилько Е.В., Смолин А.Ю., Коростелев С.Ю. Метод подвижных клеточных автоматов как новое направление дискретной вычислительной механики. I. Теоретическое описание // *Физич. мезомех.* – 2000. – № 2.

Лапшина Анна Алексеевна, студентка НИ ТГУ; annlanna@mail.ru

Закономерности изменения механических свойств и особенности микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭП-823 в условиях высокотемпературной термомеханической обработки

В.В. Линник, К.В. Алмаева

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Одними из наиболее перспективных материалов для активных зон и внутрикорпусных устройств ядерных и термоядерных энергетических реакторов нового поколения являются жаростойкие 12 %-е хромистые ферритно-мартенситные стали.

Для расширения интервала рабочих температур этих сталей необходимо повышение их высокотемпературной прочности и одновременное снижение тенденции к низкотемпературному охрупчиванию. Решение этих задач возможно при использовании термических (ТО) и термомеханических (ТМО) обработок. Как правило, для сталей данного класса применяется традиционная термообработка, которая заключается в нормализации и высокотемпературном отпуске. Среди ТМО важное место занимает высокотемпературная термомеханическая обработка (ВТМО), которая включает в себя деформацию в аустенитной области. Перспективность ВТМО была показана на 9–12 %-х хромистых сталях [1–4], однако на стали ЭП-823 ранее не применялась. В работе [4] показано, что ВТМО повышает эффективность дисперсного и субструктурного упрочнения за счет увеличения плотности дислокаций и объемной доли наноразмерных частиц карбидной фазы. Эта модификация микроструктуры повышает прочностные свойства ферритно-мартенситной стали.

В настоящей работе проведено сравнительное исследование механических свойств и микроструктуры 12 %-й хромистой жаропрочной ферритно-мартенситной стали ЭП-823 после высокотемпературной термомеханической обработки и после традиционной термообработки.

ВТМО включала в себя нагрев до температуры 1100 °С с выдержкой 1 ч, горячую пластическую деформацию прокаткой до величины $\epsilon \approx 50$ % за один проход и последующую закалку в воду. После ВТМО проводили отпуск при $T = 720$ °С в течение 1 ч. Традиционная термическая обработка (ТТО) для сталей такого класса состоит из нормализации от $T = 1100$ °С с выдержкой 1 ч и отпуска при $T = 720$ °С в течение 3 ч.

Механические испытания проводились методом активного растяжения со скоростью деформации $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ и в вакууме $\sim 2 \cdot 10^{-5}$ Торр. при температуре $650 \text{ }^\circ\text{C}$ для образцов в форме двойных лопаток с размером рабочей части $13 \times 2 \times 1$ мм. Электронно-микроскопические исследования тонких фольг проводили на просвечивающем электронном микроскопе Philips CM12 при ускоряющем напряжении 120 кВ. Фольги получали методом электрополировки в растворе хромового ангидрида (CrO_3) в ортофосфорной кислоте (H_3PO_4).

Электронно-микроскопические исследования показали, что микроструктура стали представлена субмикронными ламелями мартенсита и ферритными зернами. В ферритно-мартенситной структуре обнаружены грубодисперсные частицы карбидов M_{23}C_6 , имеющие размеры до 200 нм преимущественно округлой формы. Частицы M_{23}C_6 в стали ЭП-823, обнаруженные в настоящей работе после ВТМО, не имеют преимущественного расположения по границам мартенситных ламелей, как в случае ТТО. Помимо указанных частиц наблюдаются наноразмерные частицы типа MX (M – V, Nb и др., X – C, N), диаметром до 20 нм. Предполагается, что образование частиц MX происходит в аустенитной фазе, уже в процессе пластической деформации, либо охлаждения из аустенитной области, поскольку при этих температурах диффузионная подвижность карбидообразующих элементов высокая.

Сравнительные исследования микроструктуры стали ЭП-823 после ТТО и ВТМО показали, что в результате ВТМО повышается плотность дислокаций, увеличивается объемная доля карбонитрида ванадия V (C, N), уменьшается плотность частиц M_{23}C_6 . Более низкая плотность грубодисперсных частиц M_{23}C_6 связана с уменьшением содержания углерода в твердом растворе при образовании наноразмерных частиц карбонитрида ванадия V(C, N).

Формирование обнаруженной в настоящей работе гетерофазной структуры с высокой плотностью наноразмерных частиц V(C, N) открывает хорошие перспективы для повышения характеристик высокотемпературной прочности исследуемой стали.

Исследование механических свойств (предела текучести и относительного удлинения до разрушения) стали ЭП-823 после высокотемпературной термомеханической обработки показало, что при комнатной температуре испытаний происходит значительное ($\Delta\sigma_{0,1} \leq 253$ МПа) увеличение предела текучести, по сравнению с традиционной термической обработкой. При повышенной температуре испытаний ($T = 650 \text{ }^\circ\text{C}$) эффекты упрочнения менее значительны (≤ 74 МПа). Относительное удлинение до разрушения после ВТМО несколько ниже, чем после ТТО при комнатной температуре, а при $T = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ несколько выше и достигает значений 16.7 % (таблица).

Механические свойства стали ЭП-823 после ТТО и ВТМО

Режим обработки	Температура испытаний			
	$T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$		$T = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$	
	$\sigma_{0.1}$, МПа	δ , %	$\sigma_{0.1}$, МПа	δ , %
ТТО	650 – 734	12.8 – 13.1	296 – 347	9.7 – 11.7
ВТМО	856 – 903	8 – 10	345 – 370	13.5 – 16.7

ЛИТЕРАТУРА

1. *Klueh R.L., Hashimoto N., and Maziasz P.J.* New nano-particle-strengthened ferritic/martensitic steels by conventional thermo-mechanical treatment // J. Nuclear Materials. – 2007. – No. 367 (370). – P. 48–53.
2. *Hollner S.* High-temperature mechanical properties improvement on modified 9 Cr-1 Mo martensitic steel through thermomechanical treatments // J. Nuclear Materials. – 2010. – No. 405. – P. 101–105.
3. *Hoffmann J., Rieth M., Commin L., Fernández P., and Roldán M.* Improvement of reduced activation 9 % Cr steels by ausforming // Nuclear Materials and Energy. – 2016. – No. 6. – P. 12–17.
4. *Полехина Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н. и др.* Влияние высокотемпературной термомеханической обработки аустенитной области на микроструктуру и механические свойства малоактивируемой 12 %-й хромистой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 // ЖТФ. – 2017. –Т. 87. – № 5. – С. 716–721.

Линник Валерия Васильевна, студентка; lera.linnik.1999@mail.ru

Алмаева Ксения Викторовна, аспирантка; kseni_ya_almaeva@mail.ru

Особенности методов СВС и спекания для создания пористых сплавов TiNi медицинского назначения*

О. Мамазакиров, С.Г. Аникеев,
Н.В. Артюхова, А.Н. Моногенов

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Анализ функциональных свойств биосовместимых металлических материалов, используемых для получения имплантатов, показывает, что наиболее сочетаемыми с тканями организма материалами являются сплавы на основе никелида титана (TiNi) [1]. Особую роль в медицине играют пористо-проницаемые сплавы на основе TiNi. На базе методов порошковой металлургии разработаны имплантируемые конструкции на его основе для использования в онкологии и челюстно-лицевой хирургии.

Метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), основанный на использовании внутренней химической энергии исходных компонентов порошковой насыпки, с энергетической точки зрения обеспечивает наиболее эффективное получение пористых материалов. Метод спекания обладает высоким техническим потенциалом и экономически выгоден при серийном производстве малогабаритных изделий. С помощью методов СВС и спекания изготавливают материал с необходимыми свойствами, которые другими способами получить невозможно. Способ получения пористого материала оказывает определяющее влияние на его структурные и физико-механические свойства. Исходя из этого, целью работы является определение параметров СВС и спекания, которые играют основную роль при получении биосовместимых пористых сплавов на основе TiNi.

Выявлено, что процессы синтеза зависят от таких параметров, как давление в реакторе, термовакуумная обработка (сушка) порошков Ti и Ni, взаимное соотношение порошковых компонентов, степень разбавления готовым продуктом синтеза TiNi, способ легирования различными химическими элементами [2]. Наиболее важными параметрами являются начальные размеры и пористость заготовки, гранулометрический состав и дисперсность шихты, температура начала синтеза.

Различают два вида процесса СВС, которые протекают в режиме послойного горения и в режиме теплового взрыва. В первом при возбуждении

* Исследование выполнено за счет средств гранта Президента МК-510.2019.8 и МК-448.2020.8 на оборудовании Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН.

экзотермической реакции в некотором локальном объеме вещества выделяется тепло, которое путем теплопроводности нагревает соседние слои вещества и вызывает в них химическую реакцию, что обеспечивает перемещение зоны реакции в пространстве. В случае, когда температура нагрева шихты близка или ниже температуры появления эвтектики, жидкая фаза появляется во всем объеме шихты одновременно. При этом реакция синтеза развивается по типу теплового взрыва.

При исследовании метода спекания установлено, что процесс спекания порошка никелида титана определяется температурно-временным режимом, начальной пористостью насыпки, размером порошковой формовки, атмосферой и давлением спекания, химическим и гранулометрическим составом порошковой шихты [3]. В совокупности данные параметры определяют структурные особенности и физико-механические свойства получаемого пористого материала на основе никелида титана спеченного материала.

Спекание возможно разделить на три последовательных процесса, происходящих с изменением геометрических характеристик порошковой системы при повышении температуры. На I стадии происходит взаимное припекание порошинок $TiNi$, которое сопровождается увеличением контакта между ними. Отдельные порошинки сохраняют структурную индивидуальность. На II стадии замкнутые поры в спекаемой системе еще не сформировались, а пустоты между порошинками уже исчезли и границы между элементами структуры расположены случайно. На III стадии при дальнейшем повышении температуры в спекаемом теле отсутствует открытая пористость и оно приближается к монолитной структуре. На этой стадии происходит уплотнение тела, которое является следствием уменьшения числа и объема пор.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Медицинские материалы с памятью формы. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы.* Т. 1. / под ред. В.Э. Гюнтера. – Томск: Изд-во «НПП «МИЦ», 2011. – 534 с.
2. Ходоренко В. Н., Аникеев С.Г., Гюнтер В.Э. // Изв. вузов. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 6. – С. 17–23.
3. *Anikeev S.G., Hodorenko V.N., Chekalkin T.L., Gunther V.E., et al. // Smart Materials and Structures.* – 2017. – V. 26. – No. 5. – P. 1–9.

Мамазакиров Ойбек, студент; oubek55@gmail.com

Аникеев Сергей Геннадьевич, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; anikeev_sergey@mail.ru

Артюхова Надежда Викторовна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; artuykhova_nad@mail.ru

Моногенов Александр Николаевич, инженер; monogenov@mail.ru

Влияние прокатки на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ35

А.И. Манишева, И.П. Мишин

¹Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Развитие авиакосмической и автомобильной техники связано с разработкой и внедрением новых конструкционных материалов, отвечающих современным требованиям. Такие материалы, в частности широко используемые в различных отраслях промышленности титановые сплавы, должны обладать повышенными эксплуатационными, а также технологическими свойствами [1]. В настоящее время направление формирования ультрамелкозернистой (нано-) (УМЗ) структуры является наиболее актуальным. Для этого проводят исследование структуры и свойств ультрамелкозернистых материалов, а также разработку новых технологий получения УМЗ-структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД).

В настоящей работе проведено исследование влияния различных режимов и методов прокатки на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ35.

Металлографические исследования показали, что в состоянии поставки сплав ВТ35 имеет крупнозернистую структуру. После радиально-сдвиговой прокатки происходит разбиение зерен исходной структуры, при этом фазовый состав сплава не меняется (рис. 1).

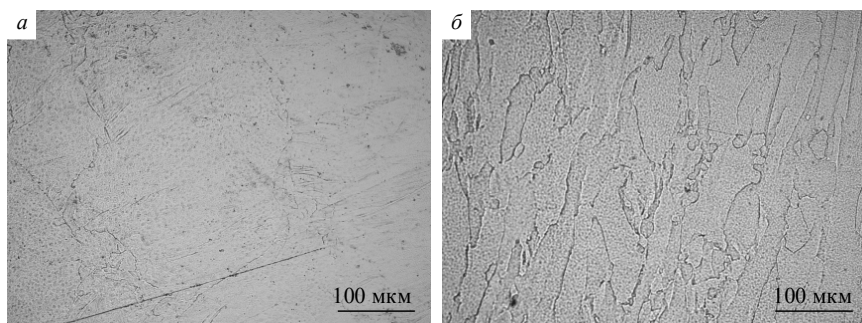


Рис. 1. Сплав ВТ35 в исходном состоянии (а) и после радиально-сдвиговой прокатки (б)

Известно, что псевдо-бета-титановые сплавы упрочняются путем термической обработки, заключающейся в закалке и последующем старении. В результате старения в структуре исследуемого сплава происходит выделение мелкодисперсной α -фазы как в виде пластин толщиной несколько нанометров, так и в виде наноразмерных частиц. При этом наблюдаются зерна, в которых выделение α -фазы не происходит. Можно предположить, что это связано с неоднородным распределением легирующих элементов в исходном сплаве. Тем не менее старение приводит к повышению механических свойств сплава по сравнению с состоянием поставки и после прокатки (таблица).

Механические свойства сплава ВТ35 в состоянии поставки, после радиально-сдвиговой прокатки и старения

Образцы		σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %	H_{μ} , ГПа
Исходное состояние					
Состояние поставки		858	858	17	3.3
Старение	450, 5 ч	1497	1393	5	2.99
	450, 10 ч	1514	1330	6	4.06
Радиально-сдвиговая прокатка					
Без старения		809	809	27	2.7
Старение	450, 5ч	1206	1055	7.6	3.68
	450, 10 ч	1254	1200	10	3.75

Однако, механические свойства сплава после радиально-сдвиговой прокатки и последующего старения ниже свойств сплава в исходном состоянии после старения при тех же условиях. Возможно, это связано с тем, что в результате радиально-прокатки не удалось получить субмикроструктурную структуру.

Можно предположить, что дополнительная прокатка в ручевых вальцах приведёт к дальнейшему измельчению структуры и позволит повысить механические свойства сплава.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Братухин А.Г.* Современные авиационные материалы: технологические и функциональные особенности: учебное пособие для авиационных и технических направлений и специальностей. М.: АвиаТех Информ XXI век, 2001. – С. 408–417.

Манишева Анна Ильдаровна, студентка кафедры физики металлов 4 курса;
m.annmana21@gmail.com

Мишин Иван Петрович, к.ф.-м.н., науч. сотр. ЛФМ ИФПМ СО РАН; mishinv1@yandex.ru

Исследование фазового состава и структуры материалов Al-Al₃Ti-TiB₂, полученных в режиме МА-СВС*

А.Е. Матвеев, И.А. Жуков

Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Композиционные материалы, полученные в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) порошковой смеси Al-Ti-B, состоят из металлической матрицы и равномерно распределенных в ней частиц (TiB₂), которые получают реакцией *in situ* в процессе синтеза [1]. Алюминиевая матрица обладает низкой плотностью, а благодаря наличию в ней равномерно распределенных частиц TiB₂ значительно повышаются физико-механические свойства материалов и расширяется диапазон их рабочих температур [2–4]. При этом, чем меньше размер керамических включений в композите, тем выше его физико-механические свойства.

Известно, что изменение соотношения компонентов исходной шихты или ее механическая активация (МА) позволяют снижать размер частиц в СВС-материалах.

Цель работы – исследование фазового состава и структуры материалов Al-Al₃Ti-TiB₂, полученных в режиме МА-СВС.

В качестве исходных материалов для приготовления смеси использовались порошки титана (средний размер частиц 140 мкм), бора (средний размер частиц 0.6 мкм) и алюминия (средний размер частиц 100 мкм). Исходные порошковые компоненты смешивались в соотношении: 60 мас.% Al + 40 мас.% (69 мас.% Ti + 31 мас.% B). Далее порошковая смесь помещалась в стальной барабан вместе со стальными шарами, и механически активировалась в планетарной мельнице. Соотношение массы стальных шаров к массе смеси составило 20 к 1. Механическая активация проводилась при нагрузке 50g. Продолжительность механической активации составила 240 с. Методика экспериментов по самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу описана в работе [5].

Исследование фазового состава образцов проводилось при помощи дифрактометра Shimadzu XRD-6000. Структура СВС-материалов исследовалась методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Philips, SEM 515.

* Исследование выполнено за счет Гранта Президента Российской Федерации (МК-506.2019.8).

На рис. 1 представлена рентгенограмма материалов Al-Al₃Ti-TiB₂, полученных в режиме МА-СВС.

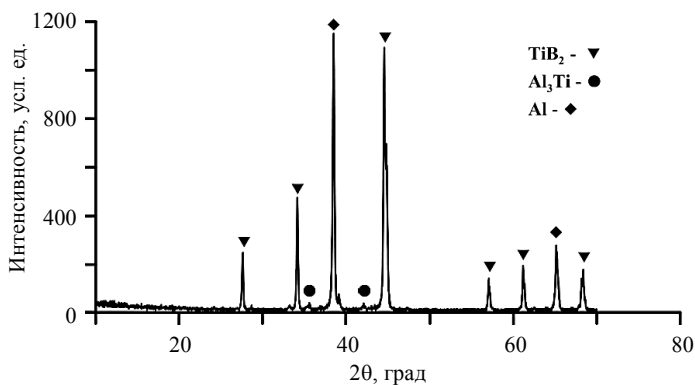


Рис. 1. Рентгенограмма композитов Al-Al₃Ti-TiB₂

На рис. 2 приведено типичное изображение микроструктуры композиционных СВС-материалов Al-Al₃Ti-TiB₂.

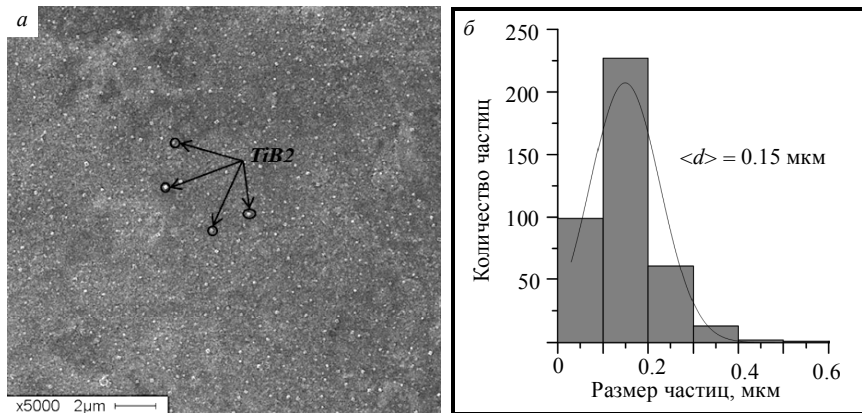


Рис. 2. РЭМ-изображение композита Al-Al₃Ti-TiB₂ (а),
распределение частиц TiB₂ по размерам (б)

По результатам рентгенофазового анализа и элементного анализа локальных областей структуры установлено, что СВС-материалы Al-Al₃Ti-TiB₂ состоят из металлической матрицы алюминия и равномерно распределен-

ных в ней частиц диборида титана, размер которых изменяется от 0.01 до 0.5 мкм. Средний размер частиц TiB₂ равен 0.15 мкм. Между частицами TiB₂ и алюминиевой матрицей был обнаружен слой Al₃Ti.

ЛИТЕРАТУРА

1. Промахов В.В. и др. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нового класса лигатур для алюминиевых сплавов // Ползуновский вестник. – 2016. – № 4. – Т. 1. – С. 76–79.
2. Tijo D., Masanta M. In-situ TiC-TiB₂ coating on Ti-6Al-4V alloy by tungsten inert gas (TIG) cladding method: Part-II. Mechanical performance // Surface and Coatings Technology. – 2018. – V. 344. – P. 579–589.
3. Cui C. et al. In situ TiC particles reinforced grey cast iron composite fabricated by laser cladding of Ni-Ti-C system // J. Materials Processing Technology. – 2007. – V. 183. – No. 2–3. – P. 380–385.
4. Матвеев А.Е., Дубкова Я.А., Жуков И.А., Промахов В.В. Композиционные СВС-порошки (Ni-Ti)-TiB₂ для аддитивного лазерного выращивания материалов // Четвертый междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии». Москва, 27–29 ноября 2018 г. – М., 2018. – С. 201–205.
5. Жуков И.А. и др. Закономерности формирования структуры и фазового состава композиционных лигатур систем Al-Ti-B/B₄C, используемых для модификации алюминиевых сплавов // Изв. вузов. Физика. – 2017. – Т. 60. – № 11. – С. 158–163.

Матвеев Алексей Евгеньевич, аспирант ФТФ; cool.mr.c@mail.ru

Жуков Илья Александрович, к.т.н., зав. лабораторией нанотехнологий металлургии ТГУ; gofra930@gmail.com

Ближний порядок в аморфном поверхностном Ti-Ta-Si-сплаве, синтезированном электронно-пучковым способом на TiNi-подложках*

Р.Р. Мухамедова, В.О. Семин

¹ *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия*

² *Национальный исследовательский*

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Неупругие свойства TiNi значительно ухудшаются при проведении механических испытаний на многоцикловую усталость, что обусловлено накоплением дефектов кристаллического строения в матричной фазе, которые, возникают на поверхности и распространяются в глубь материала в процессе деформации. В настоящее время одним из способов повышения усталостной долговечности металлических материалов является нанесение тонких (~200 нм) покрытий на их поверхность, как правило, магнетронным методом. Наиболее уязвимым местом при использовании данного способа является низкая адгезия покрытия с подложкой. При использовании в качестве подложки TiNi, проблема адгезионной прочности системы «покрытие/подложка» усугубляется в связи с непрерывным изменением рельефа поверхности подложки при циклических нагружениях. Очевидно, что это приведет к отслоению покрытий при нагружении выше уровня упругих деформаций. На наш взгляд, синтез поверхностных сплавов с аморфной и нанокompозитной структурами является перспективным способом повышения адгезионной прочности тонких покрытий на TiNi.

При формировании метастабильной аморфной структуры в поверхностных сплавах на TiNi важным вопросом являются её механическая и термическая стабильность, определяемые её атомной структурой и состоянием её ближнего атомного порядка. Целью работы являлось электронно-микроскопическое исследование состояния ближнего атомного порядка аморфной фазы в поверхностном Ti-Ta-Si-сплаве, сформированном электронно-пучковым способом.

Исследования проводили на образцах TiNi марки TH1 (МАТЭК-СПФ, Москва). Перед синтезом поверхностного сплава подложки обрабатывали низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) на установке «РИТМ-СП» в режимах, близких к использованным в работах [1, 2]. Синтез поверхностного Ti-Ta-Si-сплава на TiNi-подложке осуществлялся в едином вакуумном цикле путем чередования операций осаждения

* Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 18-19-00198 от 26.04.2018.

Ti₆₀Ta₃₀Si₁₀ (ат. %)–пленки и импульсного электронно-пучкового плавления системы «Ti-Ta-Si-пленка/подложка TiNi». Количество операций осаждения и плавления выбирали таким, чтобы ожидаемая толщина «наплавленных» Ti-Ta-Si-пленок была ~ 1 мкм. Исследования проводили на оборудовании ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН) и ЦКП «Наноматериалы и нанотехнологии» (НИ ТПУ). Структурные исследования осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопах JEM 2100 и JEM 2100F при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги были приготовлены в геометрии «cross-section» методами ионного травления. На тонких фольгах с помощью энергодисперсионного спектрометра (ЭДС), установленного на ПЭМ, были получены профили распределения элементов сплава по глубине от поверхности. Для характеристики ближнего атомного порядка сняли серии нанодифракционных картин при размере зондового пучка 0.5 нм, 2.4 нм и 10 нм. Для построения аналитического вида функции радиального распределения атомов (ФРРА) по данным электронных нанодифракций был использован математический пакет SuePDF.

Обнаружено, что поверхностный сплав характеризуется градиентной структурой по глубине от поверхности и состоит из трех подслоев. Наружный поверхностный подслои имеет толщину 1500 нм и характеризуется аморфной структурой. Внутри аморфных полей обнаруживаются нанопоры размером до 100 нм. Подслои на глубине 1500–1800 нм от поверхности обладает аморфно-нанокompозитной структурой. По данным нанодифракционного анализа основной фазой в этом подслое является фаза Ti₂Ni. Под аморфно-нанокристаллическим подслоем обнаруживаются подслои с эвтектикой на основе B2+Ti₃Ni₄, а также ламели R-мартенсита. Структура на глубине более 2.5 мкм от поверхности соответствует подложке TiNi.

ФРРА, полученные с помощью серий нанодифракционных картин от поверхностного Ti-Ta-Si сплава с аморфной структурой на глубине 170 нм и 1300 нм, приведены на рис. 1. Сформированная аморфная фаза характеризуется разным набором координационных чисел: количество атомов на первой координационной сфере уменьшается с 19 до 17.5 при удалении от поверхности. Основные максимумы на ФРРА, отвечающие первой координационной сфере, были обнаружены вблизи межатомных расстояний $r = 2.85 \text{ \AA}$ на глубине 170 нм и $r = 2.8 \text{ \AA}$ на глубине 1300 нм. Аморфное состояние характеризуется структурой со средним атомным порядком, имеющим характерный радиус корреляции в расположении атомов до 11 Å. Положения максимумов, соответствующих второй и третьей координационным сферам вблизи $r = 5 \text{ \AA}$ и $r = 6 \text{ \AA}$ соответственно, заметно отличаются друг от друга и хорошо аппроксимируются набором из 6–8 функций Гаусса. Это свидетельствует о том, что в каждой локальной области образца, размером менее 1.5 нм, средний атомный порядок описывается структурными

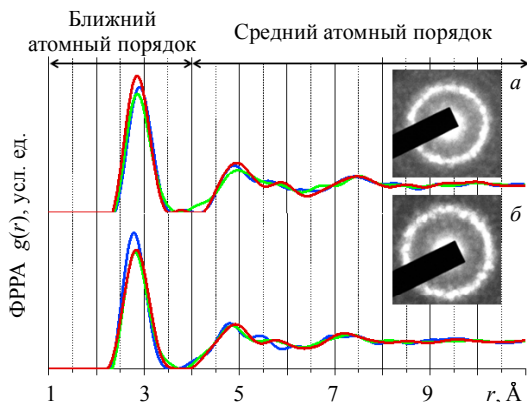


Рис. 1. Функции радиального распределения атомов $g(r)$ в поверхностном Ti-Ta-Si сплаве: a – на глубине 170 нм, элементный состав по данным ПЭМ/ЭДС $\text{Ti}_{0.46}\text{Ta}_{0.17}\text{Ni}_{0.20}\text{Si}_{0.17}$, b – на глубине 1300 нм, элементный состав по данным ПЭМ/ЭДС $\text{Ti}_{0.51}\text{Ta}_{0.07}\text{Ni}_{0.35}\text{Si}_{0.07}$

мотивами из кластеров первой координационной сферы с отличными друг от друга вариантами их упаковки.

На основании проведенного анализа можно предполагать, что мотив структуры по типу Ti_2Ni , характеризующийся тремя координационными многогранниками (KM) с радиусами первой координационной сферы $r = 2.80\text{--}2.85 \text{ \AA}$, является базовым для кластеров в аморфной фазе. В работе рассмотрен эффект подобия структур с топологическим ближним порядком, описываемым икосаэдрическими кластерами $\langle 0\ 0\ 12\ 0 \rangle$ – типичными кластерами для аморфной фазы и KM фазы Ti_2Ni .

Авторы выражают большую благодарность научному руководителю Л.Л. Мейснер за полезное обсуждение результатов и сотруднику ИСЭ СО РАН Яковлеву Е.В. за проведение экспериментов по синтезу поверхностных сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Meisner L.L. et al.* Mechanical behavior of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by pulsed electron-beam melting of film/substrate system // *Applied Surface Science*. – 2018. – V. 437. – P. 217–226.
2. *Meisner L.L. et al.* Microstructural characterization of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by additive pulsed electron-beam melting of film/substrate system // *J. Alloys and Compounds*. – 2018. – V. 730. – P. 376–385.

Мухамедова Регина Ренатовна, студентка; reginagforce@gmail.com
Сёмин Виктор Олегович, к.ф.-м.н., мл. науч. сотр. ИФПМ СО РАН

Влияния энергетических параметров на нанесение покрытия кубического карбида вольфрама плазмодинамическим методом*

А. Насырбаев, Д.С. Никитин

*Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, г. Томск, Россия*

Для удовлетворения нужд производства широко применяются современные конструкционные и функциональные материалы. На данный момент одним из наиболее перспективных способов увеличения характеристик промышленных изделий является применение ультрадисперсных порошков в производстве материалов, а также создание упрочняющих покрытий. Перспективным материалом в этой области является карбид вольфрама, который, благодаря таким свойствам, как высокая износостойкость, высокий уровень твердости и модуля упругости, применяется при производстве абразивных и режущих инструментов [1].

Из диаграммы состояний системы вольфрам – углерод выделяются три основные фазы карбида вольфрама: гексагональные фазы карбида и семикарбида вольфрама (WC , W_2C) и метастабильная кубическая фаза карбида вольфрама (WC_{1-x}) [2]. Кубическая фаза вызывает большой интерес ввиду повышенной электро- и фотокаталитической активности [3]. Однако существующие методы получения WC_{1-x} в объемной форме недостаточно эффективны. Целью настоящего исследования было получения кубического карбида вольфрама в виде покрытия путем прямого плазмодинамического синтеза на медные подложки.

Методика нанесения покрытия реализована посредством использования сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) с графитовыми электродами [4]. Питание к КМПУ подводилось от емкостного накопителя энергии. Прекурсорами выступали порошок вольфрама и углерод, нарабатываемый в ходе электроэрозии с графитовых электродов. Эксперименты осуществлялись при нормальных температуре и давлении в камере-реакторе, заполненной аргоном. В ходе работы проведено исследование, направленное на определение влияния энергетических параметров на получаемое покрытие. Были проведены четыре серии экспериментов при различной подведенной энергии ($W_{\text{подв}} = 12.00, 18.75, 27.00, 36.75$ кДж). Полученные покрытия исследовались методами рентгеновской дифрактометрии (XRD) на

* Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, грант № 19-13-00120.

дифрактометре Shimadzu XRD 7000S (CuK α -излучение); и сканирующей электронной микроскопии (SEM) на микроскопе Hitachi TM 3000.

Анализ XDR-данных показал, что во всей серии были получены покрытия, состоящие из фаз кубического карбида вольфрама (WC_{1-x}), гексагональных карбидов вольфрама (WC, W₂C), а также непрореагировавшего вольфрама (W). По результатам количественного рентгеноструктурного анализа всей серии было определено, что наибольшее содержание кубической фазы карбида вольфрама (более 95%) получено в экспериментах с W_{подв} = 27.00 кДж (рис. 1).

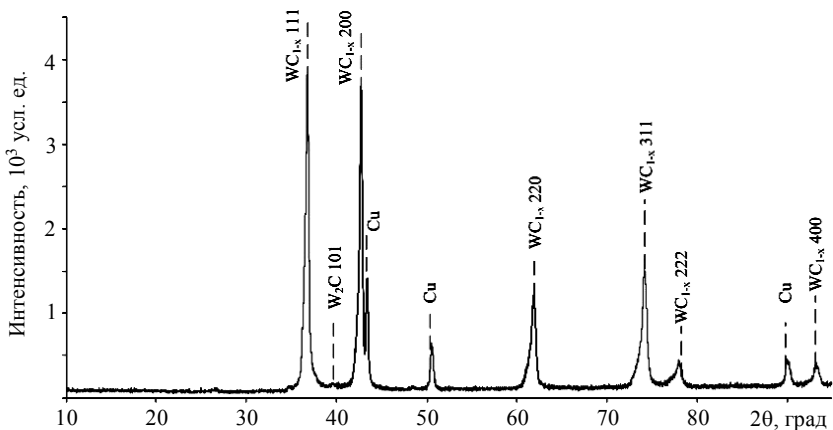


Рис. 1. XRD-картина покрытия, полученного при W_{подв} = 27 кДж

Результатом работы является нанесение покрытий кубического карбида вольфрама на медные подложки. Наибольшее содержание фазы WC_{1-x} (более 95 %) получено в экспериментах с W_{подв} = 27.00 кДж. Толщина покрытия по SEM-изображениям составила 15 мкм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Cardarelli F. Materials handbook. – London etc.: Springer, 2000. – P. 45–57.
2. Kurlov A.S., Gusev A.I. Phase equilibria in the W–C system and tungsten carbides // Russian Chemical Reviews. – 2006. – V. 75. – No. 7. – P. 617.
3. Kim J. et al. Enhancement of electrocatalytic activity of platinum for hydrogen oxidation reaction by sonochemically synthesized WC_{1-x} nanoparticles // J. Power Sources. – 2009. – V. 193. – No. 2. – P. 441–446.
4. Sivkov A.A., Pak A.Y. RF Patent No. 2431947, H05H 11/00, F41B 6/00 //Byull. Izobret. – 2011. – No. 29.

Насырбаев Артур, магистрант 1 курса; arn1@tpu.ru

Никитин Дмитрий Сергеевич, ассистент; NikitinDmSr@yandex.ru

Влияние температуры обработки сплава ВТ1-0 на средний размер зерна

А.В. Никоненко¹, И.А. Курзина², Е.М. Окс¹

¹Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, г. Томск, Россия

²Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Титан как конструкционный материал в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии обладает такими свойствами, как высокая механическая прочность, коррозионная стойкость, малая плотность и жаропрочность. Титан, полученный методом интенсивной пластической деформации, занимает среди УМЗ-материалов лидирующее место.

Целью данной работы является сравнительный анализ влияния температуры обработки образцов УМЗ-титана на средний размера зерна.

Объектом исследования являлись образцы титана марки ВТ1-0 с различным средним размером зерна, полученные методом *abc*-прессования в сочетании с прокаткой в ручьевых валках и подвергнутые дополнительно отжигу. Температура прессования при каждом цикле оставалась постоянной, но при переходе от предыдущего прессования к следующему уменьшалась ступенчато, в интервале 500–400 К. При каждом последующем прессовании образец поворачивали на 90°. Скорость деформации при прессовании составляла 10^{-2} – 10^{-1} с⁻¹. После этапа прессования заготовки титана деформировали многоходовой прокаткой в ручьевых валках при комнатной температуре. После прокатки образцы титана имели форму прутков квадратного сечения 6 мм и длиной 500 мм. Для повышения пластичности прокатанные прутки УМЗ-титана отжигали при температуре 573 К. Изучение зеренной структуры проведено на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125К при ускоряющем напряжении 125 кВ.

Для получения УМЗ-титана были использованы три схемы приготовления образцов в УМЗ-состоянии. Образцы, приготовленные *по первой схеме*, отжигаются в интервале температур 473–523 К. Установлено, что такой отжиг практически не приводит к заметному изменению размера зерна. Образцы, приготовленные *по второй и третьей схемам*, получают методом *abc*-прессования в сочетании с прокаткой в ручьевых валках и подвергаются дополнительному отжигу. Количество прессований (осадок) образцов, приготовленных согласно *схеме два*, составляет три, а согласно *схеме три* – девять. Величина накопленной деформации при обработке по *схеме два* составляет $e = 2.12$, а по *схеме три* – $e = 6.12$. После этапа прессования за-

готовки титана деформировали многоходовой прокаткой в ручьевых валках при комнатной температуре. После прокатки образцы титана имели форму прутков квадратного сечения 6×6 мм и длиной 500 мм. Для повышения пластичности прокатанные прутки УМЗ-титана отжигали при температуре 573 К. Затем для получения заданного размера зерна проводились дополнительные отжиги.

Было установлено, что для образцов, приготовленных *по второй схеме*, дополнительные отжиги в интервале температур 773–1023 К приводят к существенному изменению микроструктуры титана. Появляются достаточно четкие границы зерен, имеющие равноосную форму. Так, при температуре отжига 773 К средний размер зерен составил 1.4 мкм. Значительный рост размера зерна наблюдался при температурах отжига в интервале 873–1023 К. В частности, после отжига при 1023 К материал имел зеренную структуру со средним размером зерна до 15 мкм.

Отжиг образцов, приготовленных *по третьей схеме*, также существенно изменяет размер зерна. Однако, образцы отжигались только при температурах в интервале 730–1200 К. Средние размеры зерен, при таких отжигах соответствовали 0.3–17 мкм. Трансформация зеренной структуры происходила нелинейно. Результаты для более мелких размеров в литературе отсутствуют.

На рис. 1 приведена зависимость среднего поперечного размера элементов структуры от температуры отжига (три схемы отжига) с учетом ранее полученных данных. Все данные, независимо от схем отжига, ложатся с хорошей точностью на одну кривую.

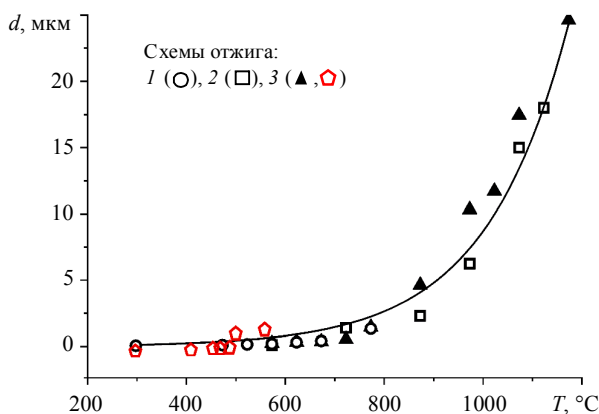


Рис. 1. Зависимость среднего размера зерна образцов исходного титана от температуры отжига

Видно, что с ростом температуры отжига увеличивается размер зерна. Субмикрористаллическое состояние титана (до среднего размера 200 нм) сохраняется до температур отжига, включая 450 °С.

Обнаруженная зависимость среднего размера зерна титана от температуры отжига является экспоненциальной $\bar{d} = 0.0021 \exp(0.0082T)$. На кривой можно выделить 4 линейных участка:

1) в интервале размера зерна 0.06–0.2 мкм – нано- и субмикрористаллическое состояния;

2) 0.2–1 мкм – ультрамелкозернистое;

3) 1–10 мкм – мелкозернистое (МЗ);

4) 10–25 мкм – (мезо) поликристаллическое (МПК).

Необходимо отметить существенный рост размера зерна и появление более четких границ зерен по схеме 3. Из рисунка видно, что для исследованных материалов наблюдается сильное изменение размера зерна в области до 2 мкм. Существенная доля поверхностей раздела отвечает размеру зерен $d < 1$ мкм, а при $d < 100$ нм доля поверхностей раздела составляет уже несколько десятков процентов, причем в этом нанointервале доля тройных стыков стремительно растет.

Также видно, что для всех трех схем отжига наблюдается одна и та же зависимость роста размера зерен, это можно наблюдать на рис. 1.

В результате исследований был проведен сравнительный анализ титановых образцов, полученных при помощи разных схем. Установлено, что для исследованных материалов наблюдается сильное изменение размера зерна в области до 2 мкм. Существенная доля поверхностей раздела отвечает размеру зерен $d < 1$ мкм, а при $d < 100$ нм доля поверхностей раздела составляет уже несколько десятков процентов. Установлено, что кривые для всех схем отжига накладываются друг на друга, т.е. наблюдается одинаковая схема роста размеров зерен для всех трех схем.

Никоненко Алиса Владимировна, аспирантка, мл. науч. сотр. лаборатории плазменной электроники кафедры физики ТУСУР; aliska-nik@mail.ru

Курзина Ирина Александровна, д.ф.-м.н., доцент, зам. зав. лабораторией трансляционной клеточной и молекулярной биомедицины НИИ биологии и биофизики ТГУ

Окс Ефим Михайлович, д.т.н., профессор, зав. кафедрой физики ТУСУР

Влияние частиц порошка TiC на механические свойства Ni₃Al, полученного методом искрового плазменного спекания

Д.А. Осипов

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Одним из эффективных способов повышения прочностных свойств и термической стабильности металлов и сплавов является введение или выделение частиц вторых фаз. При этом изучение взаимодействия таких частиц с матрицей, а также их влияния на структуру и свойства механически активируемых [1] консолидантов в условиях искрового плазменного спекания [2, 3] и последующего термосилового воздействия является необходимым этапом при разработке материалов с требуемым комплексом свойств.

В настоящей работе проведено исследование влияния крупных частиц TiC на механические свойства консолидированных образцов Ni₃Al, полученных путем предварительной механической активации порошковой смеси с последующим искровым плазменным спеканием.

Смесь порошков 3Ni (99.85%, марки ПНК 1Л5) – Al (98 %, марки ПА-4) была подвергнута механической активации продолжительностью 3.5 мин в энергонапряженных планетарных шаровых мельницах АГО-2 с водяным охлаждением. Объем каждого из двух стальных барабанов мельницы 160 см³. Диаметр шаров 8 мм, масса шаров в каждом барабане 200 г, масса образца 10 г. Центробежное ускорение шаров составляло 400 м/с² (40g). Для предотвращения окисления обработку и выгрузку образцов осуществляли в атмосфере аргона. В полученный прекурсор добавляли 1 об.% порошка TiC, после чего смесь перемешивали в ступке в течение 5 мин. Искровое плазменное спекание выполнено на установке SPS Labox-1575. Синтез проведён в условиях давления 40 МПа при температуре 1100–1150 °С с выдержкой не менее 5 мин. Механические испытания образцов в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 13 × 2 × 0.7 мм осуществляли методом активного растяжения со скоростью $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в вакууме $\sim 3 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$ при температурах ($T_{\text{исп}}$) 20 °С и 1000 °С. Перед механическими испытаниями образцы были подвергнуты ступенчатому стабилизирующему отжигу в вакууме: 1200 °С (1 ч) + 1300 °С (1 ч). Изучение фрактограмм после растяжения проведены с использованием сканирующего электронно-ионного микроскопа FEI Quanta 200 3D (30 кВ).

На рис. 1 приведены кривые (σ – ϵ) растяжения образцов при 20 °С и 1000 °С, а соответствующие значения кратковременной прочности ($\sigma_{0.1}$) и пластичности (δ) представлены в таблице.

При комнатной температуре образцы Ni_3Al демонстрируют очень низкий уровень пластичности, при этом образцы $\text{Ni}_3\text{Al}+\text{TiC}$ вообще разрушаются хрупким образом в процессе испытаний (рис. 1, а). Однако при высокотемпературных ($1000\text{ }^\circ\text{C}$) испытаниях образцы обоих сплавов демонстрируют высокий уровень пластичности, но низкие значения предела прочности относительно испытаний при комнатной температуре (рис. 1, б).

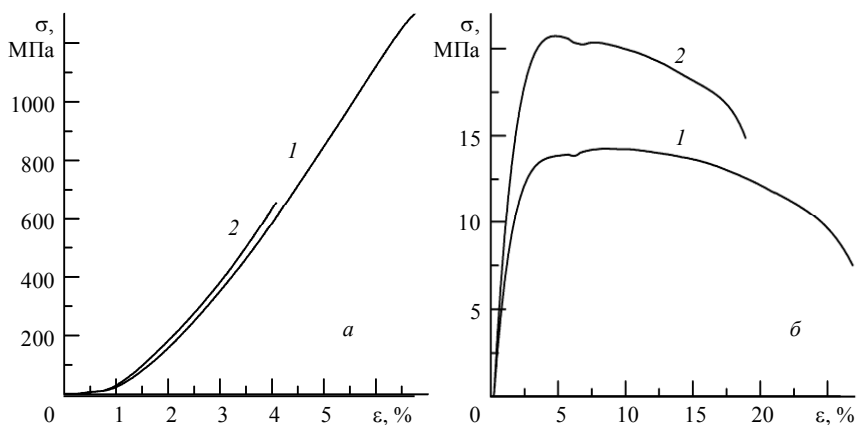


Рис. 1. Кривые растяжения образцов Ni_3Al (кр. 1) и $\text{Ni}_3\text{Al} + \text{TiC}$ (кр. 2), стабилизированных при температурах 1200 и 1300 $^\circ\text{C}$. $T_{\text{исп}}$: а – 20 $^\circ\text{C}$; б – 1000 $^\circ\text{C}$

Кратковременная прочность ($\sigma_{0.1}$, σ_B) и пластичность (δ) при разных температурах

Система	$T_{\text{исп}} = 20\text{ }^\circ\text{C}$			$T_{\text{исп}} = 1000\text{ }^\circ\text{C}$		
	$\sigma_{0.1}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.1}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
3Ni–Al	1290	1310	0.12	14.2	7.6	26
$\text{Ni}_3\text{Al} + \text{TiC}$	-	-	-	20.5	16.5	17

Фрактограммы образцов Ni_3Al и $\text{Ni}_3\text{Al}+\text{TiC}$ после растяжения при комнатной температуре характеризуются преимущественно фасетчатой структурой, образованной хрупким интеркристаллитным изломом. На поверхностях некоторых зерен TiC (рис. 2, а) наблюдаются полосы Вальнера, что является следствием интрокристаллитного излома.

После растяжения при 1000 $^\circ\text{C}$ фрактограммы образцов Ni_3Al и $\text{Ni}_3\text{Al}+\text{TiC}$ характеризуются хрупко-вязким типом разрушения. На этом фоне происходит интеркристаллитное разрушение конгломератов TiC на отдельные зерна (рис. 2, б).

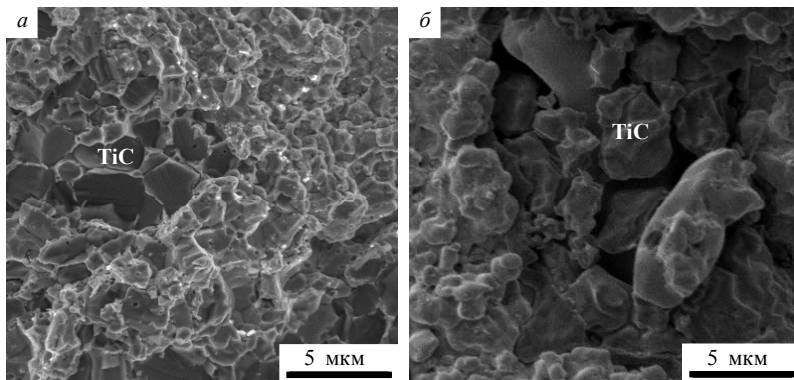


Рис. 2. Фрактограммы изломов образцов $\text{Ni}_3\text{Al} + \text{TiC}$, стабилизированных при ступенчатом отжиге ($1200\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч + $1300\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч). $T_{\text{исп}}$: а – $20\text{ }^\circ\text{C}$; б – $1000\text{ }^\circ\text{C}$

Наличие грубодисперсных частиц TiC способствует дополнительному охрупчиванию композита $\text{Ni}_3\text{Al} + \text{TiC}$ по сравнению с Ni_3Al при комнатной температуре. При повышенной температуре растяжения, на фоне высокой ($\sim 17\%$) пластичности предел текучести увеличивается почти на 45 %, а предел прочности более чем в два раза.

Повышение температуры растяжения сопровождается изменением механизмов разрушения. В интерметаллидной матрице хрупкое интеркристаллитное разрушение меняется на хрупко-вязкое, в то время как для TiC характерна смена интракристаллитного разрушения зерен на интеркристаллитное разрушение конгломератов на отдельные зерна.

Исследование проведено на оборудовании ТМЦКП НИ ТГУ. Автор выражает благодарность И.В. Смирнову, К.В. Гриняеву и И.А. Дитенбергу за содействие в получении и интерпретации результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Abbasi M., Sajjadi S.A., Azadbeh M.* An investigation on the variations occurring during Ni_3Al powder formation by mechanical alloying technique // *J. Alloys and Compounds*. – 2010. – V. 497. – No. 1–2. – P. 171–175.
2. *Fragea N., Kalabukhov S., Wagner A., Zaretsky E.B.* High temperature dynamic response of SPS-processed Ni_3Al // *Intermetallics*. – 2018. – V. 102. – P. 26–33.
3. *Cavaliere P.* *Spark Plasma Sintering of Materials: Advances in Processing and Applications*. – Springer, 2019. – 781 p.

Осипов Денис Андреевич, аспирант; osipov_ff_tsu@mail.ru

Сверхбыстрая динамика намагниченности в тонких пленках $L1_0$ -фазы соединений FePt и FePd: многообещающие различия*

**М.В. Пасынков, И.В. Янилкин, И.Р. Вахитов, А.И. Гумаров,
А.Г. Киямов, Р.В. Юсупов, Л.Р. Тагиров**

Казанский (Приволжский) федеральный университет, г. Казань, Россия

Интерметаллические соединения и гетероструктуры на основе элементов платиновой группы являются основой современных сред для сверхплотной магнитной записи информации. Выбор определяется уникальными магнитными свойствами таких соединений и долговременной стабильностью, а также нечувствительностью их магнитных свойств к коррозионным воздействиям кислорода и влажности воздуха. [1]

Тонкие плёнки соединений FePd и FePt толщиной 10 нм были выращены методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) на подложках MgO (001) при комнатной температуре в сверхвысоковакуумной камере на затравочном слое хрома (Cr) толщиной 3 нм, осажденном при температуре подложки 600 °С. Для перехода эквимольных систем FePd и FePt в упорядоченную тетрагональную фазу $L1_0$ плёнка отжигалась в течение 30 мин при температуре 650 °С.

Исследование кристаллической структуры и эпитаксиальности выращенных пленок FePd и FePt осуществлялось методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) непосредственно в сверхвысоковакуумной камере МЛЭ и рентгеноструктурного анализа (РСА). Контрастные картины максимумов ДМЭ указывают на монокристаллический характер пленок и на их когерентный рост на подложках, то есть на эпитаксию типа «куб на кубе». Наблюдение максимума (001) наряду с (002) в рентгеновской дифрактограмме (рис. 1, а) говорит о тетрагональной симметрии кристаллической решетки пленок, что, в свою очередь, свидетельствует об их успешном синтезе в искомой упорядоченной $L1_0$ -фазе.

Методами фемтосекундной оптической и магнитооптической спектроскопии показано, что тонкие пленки $L1_0$ -фаз соединений FePd и FePt характеризуются разными временами фотоиндуцированного размагничивания (рис. 1, б). Подобная разница является предпосылкой к созданию искусственных многослойных ферромагнитных структур типа F1/N/F2, где F1 и F2 – ферромагнитные слои, характер взаимодействия между которыми опре-

* Работа выполнена при поддержке гранта РНФ № 18-12-00459.

деляется толщиной разделителя из нормального металла N. Различие в скоростях размагничивания является необходимым условием для сверхбыстрого фотоиндуцированного обращения намагниченности.

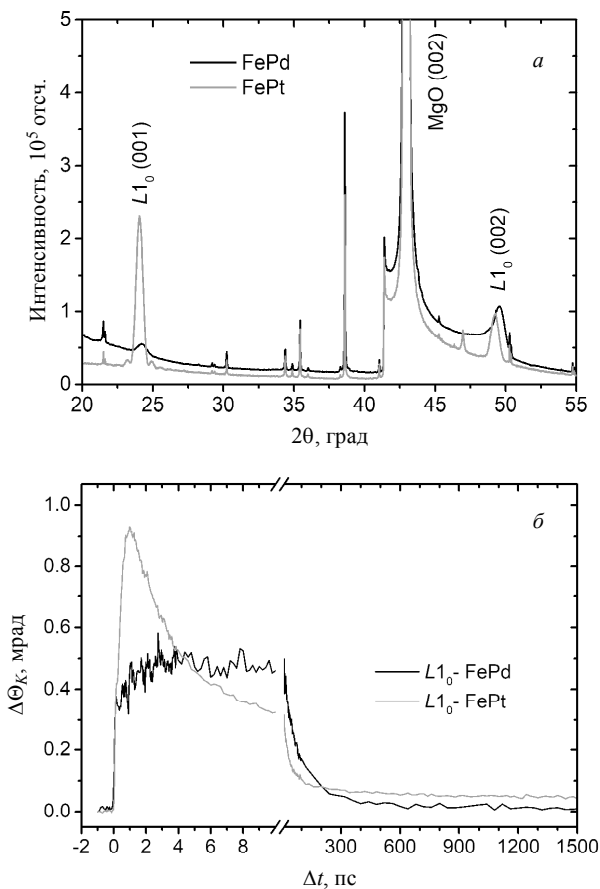


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы тонких эпитаксиальных пленок FePd и FePt на подложках MgO (001) (а); сопоставление зависимостей фотоиндуцированного изменения угла поворота Керра от задержки зондирующего импульса после импульса накачки для тонких пленок $L1_0$ -FePd (черная линия) и $L1_0$ -FePt (серая линия) на MgO (001) при плотности энергии накачки 20 мДж/см^2 (б)

В ходе отработки технологии синтеза трехслойного искусственного ферромагнетика исследован характер эпитаксии в двухслойной гетероструктуре $\text{Fe}_x\text{Pd}_{1-x}/\text{W}$ на подложке MgO (001) с $x = 0.08$. Вольфрам был выбран нами в качестве материала для N-слоя. Из-за высокой температуры плавления вольфрама этот слой наносился методом испарения электронным пучком. Методом РСА показано, что слой вольфрама имеет структуру $\alpha\text{-W}$. В полученной гетероструктуре с эпитаксиальным слоем $\alpha\text{-W}$ толщиной 32 нм нами наблюдался прямой спиновый эффект Холла.

В дальнейшем предполагается синтез трёхслойных структур на основе $L1_0\text{-FePd}$ и $L1_0\text{-FePt}$. Последние изоструктурны и имеют очень близкие постоянные решетки, как по отношению друг к другу, так и к системе $\text{Fe}_{0.08}\text{Pd}_{0.92}$. Это дает возможность создания совершенных гетероэпитаксиальных структур на их основе.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Iihama S. et al.* Low precessional damping observed for $L1_0$ -ordered FePd epitaxial thin films with large perpendicular magnetic anisotropy // *Applied Physics Letters*. – 2014. – V. 105. – No. 14. – P. 142403.

Пасынков Михаил Валерьевич, аспирант; mike_p95@mail.ru

Янилкин Игорь Витальевич; к.т.н., ст. науч. сотр. лаборатории спинтронных приложений КФУ; yanilkin-igor@yandex.ru

Вахитов Искандер Рашидович, инженер-проектировщик 1 категории; iskvakhitov@gmail.com

Гумаров Амир Илдусович, инженер-проектировщик 1 категории; amir@gumarov.ru

Киямов Айрат Газинурович, к.ф.-м.н., мл. науч. сотр. лаборатории перспективных углеродных наноматериалов КФУ; Airatphd@gmail.com

Юсупов Роман Валерьевич, к.ф.-м.н. доцент, ст. науч. сотр. лаборатории магнитной радиоспектроскопии и квантовой электроники им. С.А. Альтшулера КФУ; ruyusupov.kazan@gmail.com

Тагиров Ленар Рафгатович, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр. лаборатории спинтронных приложений КФУ; ltagirov@mail.ru

Планарные антиферромагнитные топологические изоляторы*

Е.К. Петров

¹ *Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*
² *Санкт-Петербургский государственный университет,
г. Санкт-Петербург, Россия*

Сегодня развитие технологий и создание новых устройств невозможно без учета квантовых эффектов. Чрезвычайно важной является реализация различных эффектов Холла [1] и сверхпроводимости [2]. Во многих случаях эти эффекты наблюдаются в присутствии специфических электронных состояний – плоских зон, которые могут возникать за счет сильных электронных корреляций или структурных деформаций. Плоские зоны – это одночастинные состояния, характеризующиеся стремящейся к бесконечности эффективной массой и практически нулевой групповой скоростью. Такие состояния были обнаружены в ряде систем при деформации, а также в повернутом бислое графена (twisted bilayer graphene) [3, 4]. Однако о наличии подобных состояний в магнитных материалах еще не сообщалось.

В данной [5] работе предлагается новый способ создания таких состояний на поверхностях магнитных топологических изоляторов (ТИ). Дираковские поверхностные состояния, характерные для ТИ, могут служить платформой для создания спин-поляризованных плоских зон на доменных стенках. Однако большая часть известных магнитных ТИ не подходит для этого по причине крайне низкой температуры Кюри либо значительного разупорядочения. Поэтому наиболее подходящей платформой для наблюдения плоских зон на доменных стенках являются ван-дер-ваальсовские антиферромагнитные ТИ (АФМ ТИ) [6, 7].

В настоящей работе предложены системы, обладающие свойствами АФМ ТИ в семействе соединений MPn_2Ch_4 ($M = Mn, V$; $Pn = Bi, Sb$; $Ch = Se, Te$). В рамках первопринципных методов (метода проекционных плоских волн и метода Корринги – Кона – Ростокера) исследованы их кристаллическая, магнитная и электронная структуры, а также рассчитаны температуры Кюри. Данные АФМ ТИ являются планарными антиферромагнетиками (намагниченность каждого слоя переходного металла лежит в атомной плоскости). Стоит отметить, что температуры Кюри ванадий-содержащих соединений примерно в 4 раза выше температур марганец-

* Работа выполнена при поддержке РФФИ в рамках проектов № 18-32-00728 (изучение электронной структуры VBi_2Ch_4 ($Ch = Se, Te$)) и № 19-32-90250 (расчет критических температур VBi_2Ch_4 ($Ch = Se, Te$)).

содержащих, что объясняется особенностями их электронной структуры: 3d-состояния марганца расположены вдали от уровня Ферми и крайне слабо гибридизуются с другими состояниями, чего нельзя сказать о 3d-состояниях ванадия. Исследованы электронная структура объема и поверхности этих соединений. Обнаружено, что такие планарные АФМ ТИ демонстрируют сдвиг точки Дирака из центра двумерной зоны Бриллюэна, что вызвано направлением магнитного момента в атомной плоскости.

Также была рассмотрена модель антифазной доменной стенки на поверхности АФМ ТИ. Показано, что на стенке возникает топологически защищенное связанное состояние (плоская зона) без дисперсии, с бесконечно большой эффективной массой и плотностью состояний, а также out-of-plane-спиновой поляризацией. Путем приложения внешнего магнитного поля можно изменять свойства этого состояния, а именно изменять его положение по энергии или форму зоны. Такие плоские зоны могут приводить к ряду крайне интересных эффектов, в частности на изолированной доменной стенке может наблюдаться аномальный эффект Холла, а между соседними доменными стенками – сверхпроводимость.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Weng H. et al.* Quantum anomalous Hall effect and related topological electronic states // *Advances in Physics*. – 2015. – V. 64. – No. 3. – P. 227–282.
2. *Lian B., Wang Z., Bernevig B.A.* Twisted bilayer graphene: A phonon-driven superconductor // *Physical Review Letters*. – 2019. – V. 122. – No. 25. – P. 257002.
3. *Cao Y. et al.* Correlated insulator behaviour at half-filling in magic-angle graphene superlattices // *Nature*. – 2018. – V. 556. – No. 7699. – P. 80.
4. *Fogel N.Y. et al.* Direct evidence for interfacial superconductivity in two-layer semiconducting heterostructures // *Physical Review B*. – 2006. – V. 73. – No. 16. – P. 161306.
5. *Petrov E.K. et al.* Domain wall induced spin-polarized flat bands in antiferromagnetic topological insulators // arXiv preprint arXiv:2001.06433. – 2020.
6. *Mong R.S.K., Essin A.M., Moore J.E.* Antiferromagnetic topological insulators // *Physical Review B*. – 2010. – V. 81. – No. 24. – P. 245209.
7. *Otrokov M.M. et al.* Prediction and observation of an antiferromagnetic topological insulator // *Nature*. – 2019. – V. 576. – No. 7787. – P. 416–422.

Петров Евгений Константинович, аспирант, мл. науч. сотр. лаборатории наноструктурных поверхностей и покрытий (ЛНПП) НИ ТГУ, лаборант-исследователь СПбГУ; evg.konst.petrov@gmail.com

Влияние термической обработки на эффект сверхэластичности олигокристаллов сплава FeMnAlNiTi*

В.В. Поклонов¹, И.В. Куксгаузен²,
Ю.И. Чумляков², Д.А. Куксгаузен²

¹Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

²Сибирский физико-технический институт ТГУ, г. Томск, Россия

В настоящей работе исследовано влияние термической обработки на напряжения образования мартенсита под нагрузкой $\sigma_{кр}$ при развитии α (ОЦК) – γ' (ГЦК)-мартенситного превращения (МП) и величину сверхэластичности (СЭ) на олигокристаллах $Fe_{42,5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7,5}Ti_1$ (ат.%) при деформации сжатием. Олигокристаллы (поликристаллы, в которых размер зерна превышает поперечное сечение образца) получали путем прохода через градиент температур в установке для роста кристаллов в среде гелия после выплавки заготовки из чистых компонентов. Образцы на сжатие в форме параллелепипеда с размерами $4 \times 4 \times 8$ мм вырезали на электроискровом станке вдоль оси заготовки. Металлографически установлено, что в полученных олигокристаллах $Fe_{42,5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7,5}Ti_1$ (ат.%) зерна вытянуты вдоль направления сжатия со средним размером зерна 1500–2000 мкм. Механические испытания проводили при деформации сжатием в температурном интервале от 203 до 523 К после следующих термообработок: закалки в воду от 1473 К и дополнительного старения при температуре 473 К в течение 6 ч и при температуре 573 К в течение 1 ч. Tseng L.W. и др. [1] на [001]-монокристаллах $Fe_{43,5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7,5}$ показали, что после старения наблюдаются частицы упорядоченной β -фазы, размер d и объемная доля f которых зависят от времени и температуры старения. Так, после старения 473 К, 6 ч, $d = 10\text{--}12$ нм и $f = 34.3$ %, после старения при 573 К, 1 ч, размер частиц увеличивается до 28–40 нм, а объемная доля составляет 30.6 %.

Показано, что независимо от термической обработки на зависимости $\sigma_{кр}(T)$ наблюдается одна стадия, где напряжения $\sigma_{кр}$ слабо увеличиваются с ростом температуры испытания. Эта стадия связана с развитием α - γ' МП под нагрузкой, что описывается термодинамическим соотношением Клапейрона – Клаузиуса [2]:

$$d\sigma_{кр}/dT = -\Delta H/\varepsilon_0 \cdot T_0 = -\Delta S/\varepsilon_0$$

* Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Томской области в рамках научного проекта № 19-43-703008.

Здесь ΔH и ΔS – изменение энтальпии и энтропии при α - γ' МП соответственно, ε_0 – деформация решетки при α - γ' МП, T_0 – температура химического равновесия фаз аустенита и мартенсита.

Величина α , характеризующая рост напряжений с температурой, имеет близкие значения (табл. 1): после старения 473 К, 6 ч, и 573 К, 1 ч, равна 0.37 и 0.41 МПа/К соответственно. Эти значения близки к величинам α , полученным на [001]-монокристаллах $\text{Fe}_{43.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}$ (ат.%) [1]. При одной температуре испытания напряжения $\sigma_{\text{кр}}$ после старения 573 К, 1 ч, меньше в 1.5 раза, чем после старения 473 К, 6 ч. Обратная картина наблюдалась в [001]-монокристаллах $\text{Fe}_{43.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}$ (ат. %): после старения 573 К, 1 ч, критические напряжения сильно увеличиваются (в 2.5 раза) относительно старения 473 К, 3 ч (таблица). Снижение напряжений $\sigma_{\text{кр}}$ в состаренных при 573 К, 1 ч, исследованных олигокристаллах, относительно старения 473 К, 6 ч, свидетельствует о том, что характеристические температуры МП увеличиваются с ростом температуры старения. Согласно работе [3], увеличение температур может быть обусловлено изменением химического состава матрицы при выделении частиц β -фазы. Методом атомно-зондовой томографии авторы работы [1] показали, что при выделении частиц β -фазы при старении происходит обеднение матрицы по Ni и Al. С увеличением температуры старения содержание Ni и Al в частицах уменьшается.

Значения напряжений $\sigma_{\text{кр}}$ при комнатной температуре и величина $\alpha = d\sigma_{\text{кр}}/dT$ для олигокристаллов $\text{Fe}_{42.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}\text{Ti}_1$ (ат.%).

Для сравнительного анализа приведены аналогичные данные, полученные на [001]-монокристаллах $\text{Fe}_{43.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}$ (ат.%) [1]

	Термическая обработка	$\sigma_{\text{кр}}$ (при 300 К), МПа	$\alpha = d\sigma_{\text{кр}}/dT$, МПа/К
Олигокристалл	473 К, 6 ч	638	0.37
	573 К, 1 ч	520	0.41
[001]- монокристалл [1]	473 К, 6 ч	420	0.32
	573 К, 1 ч	1105	0.30

На рис. 1 представлены зависимости величины СЭ $\varepsilon_{\text{СЭ}}$ от заданной деформации $\varepsilon_{\text{зад}}$ сжатием при комнатной температуре для состаренных при 473 К, 6 ч (кривая 1), и 573 К, 1 ч (кривая 2), олигокристаллов $\text{Fe}_{42.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}\text{Ti}_1$ (ат. %). После старения при 473 К, 6 ч, максимальное значение СЭ равно 2.9 % наблюдается при $\varepsilon_{\text{зад}} = 4.5$ %. После старения 573 К, 1 ч, величина СЭ уменьшалась до 1.1 %. Обычно уменьшение величины СЭ при старении связывают с тем, что дисперсные частицы β -фазы не испытывают МП и объем материала, который участвует в превращении, уменьшается на величину f . В данном случае $f(573 \text{ К}, 1 \text{ ч}) > f(473 \text{ К}, 1 \text{ ч})$ и $\varepsilon_{\text{СЭ}}(573 \text{ К}, 1 \text{ ч})$ должна быть больше $\varepsilon_{\text{СЭ}}(473 \text{ К}, 1 \text{ ч})$.

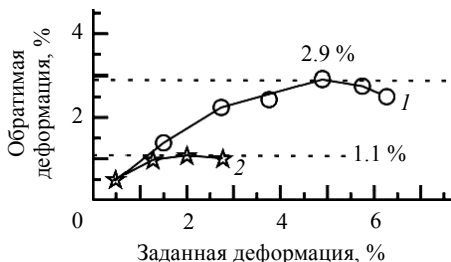


Рис. 1. Зависимость величины обратимой деформации от заданной деформации сжатием при комнатной температуре для состаренных при 473 К, 6 ч (кр. 1) и при 573 К, 1 ч (кр. 2) олигокристаллов $\text{Fe}_{42.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}\text{Ti}_1$ (ат. %)

частиц до ~40 нм характер превращения изменяется от термоупругого к не-термоупругому из-за потери когерентности между частицами и матрицей. Подобный эффект может быть причиной обнаруженных в работе результатов.

Таким образом, на олигокристаллах сплава $\text{Fe}_{42.5}\text{Mn}_{34}\text{Al}_{15}\text{Ni}_{7.5}\text{Ti}_1$ (ат. %) при деформации сжатием показано, что вариация температуры и времени старения оказывает влияние на уровень критических напряжений образования мартенсита под нагрузкой и величину обратимой деформации. После старения при 473 К, 6 ч, напряжения оказываются выше на 100–120 МПа, а величина СЭ больше в 2.5 раза, чем после старения 573 К, 1 ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Tseng L.W., Ma Ji, Hornbuckle B.C., Karaman I., Thompson G.B., Luo Z.P., Chumlyakov Y.I.* The effect of precipitates on the superelastic response of [100] oriented FeMnAlNi single crystals under compression // *Acta Mater.* – 2015. – V. 97. – P. 234–244.
2. *Otsuka K., Ren X.* Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys // *Prog. Mater. Sci.* – 2005. – V. 50. – Iss. 5. – P. 511–678.
3. *Hornbogen E.* The effect of variables on martensitic transformation temperatures // *Acta Metall.* – 1985. – V. 33. – Iss. 4. – P. 595–601.
4. *Geng Y., Lee D., Xu X., Makoto N., Jin X., Omori T., Kainuma R.* Coherency of ordered γ' precipitates and thermoelastic martensitic transformation in FeNiCoAlTaV alloys // *J. Alloy Compd.* – 2015. – V. 628. – P. 287–292.

Поклонов Вячеслав Вадимович, аспирант НИ ТГУ; poklonov_vyacheslav@mail.ru

Куксгаузен Ирина Владимировна, к.ф.-м.н. науч. сотр. лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ; irbas@sibmail.com

Чумляков Юрий Иванович, д.ф.-м.н., профессор, зав. лабораторией физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ; chum@phys.tsu.ru

Куксгаузен Дмитрий Александрович, мл. науч. сотр. лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ; kuksgauzen90@gmail.com

Механические свойства монокристаллов высокоэнтропийного сплава $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ при деформации растяжением*

А.А. Сараева

Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Стабильные высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) с ГЦК-решеткой – новый класс материалов, который обладает уникальными свойствами (высокой скоростью деформационного упрочнения, хорошей пластичностью и вязким разрушением, особенно в области криогенных температур [1, 2]), физическая причина которых остается до конца не выясненной.

В настоящей работе представлены исследования механических свойств монокристаллов ГЦК ВЭС $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$, ориентированных вдоль $[\bar{1}44]$ -направления при деформации растяжением. $[\bar{1}44]$ -кристаллы ориентированы для сдвига в одной системе и для них при деформации растяжением фактор Шмида для скольжения $m_{\text{ск}} = 0.42$ оказывается меньше, чем фактор Шмида для двойникового $m_{\text{дв}} = 0.5$ [4]. Следовательно, эти кристаллы благоприятны для развития двойникового, если для него достигаются условия.

Монокристаллы ГЦК ВЭС $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ выращивали методом Бриджмена. Критические скалывающие напряжения для скольжения при растяжении определяли, используя выражение $\tau_{\text{кр}} = \sigma_{0.1} m_{\text{ск}}$ ($\sigma_{0.1}$ – осевые напряжения на пределе текучести).

На рис. 1 приведена зависимость $\tau_{\text{кр}}$ от температуры испытания монокристаллов $[\bar{1}44]$ ВЭС $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ при растяжении в широком температурном интервале. Видно, что, во-первых, температурная зависимость $\tau_{\text{кр}}(T)$ имеет вид, характерный для деформации скольжением ГЦК-твердых растворов замещения и состоит из двух температурных интервалов [5]. До 373 К наблюдается сильная температурная зависимость, превышающая температурную зависимость модуля сдвига $G(T)$, а при $T > 373$ К температурная зависимость слабая и оказывается очень близкой к температурной зависимости $G(T)$ [2, 4]. В результате $\tau_{\text{кр}}(T)$ можно представить в следующем виде:

$$\tau_{\text{кр}}(T) = \tau_{\text{кр}}^S(T) + \tau_{\text{кр}}^G(T), \quad (1)$$

где $\tau_{\text{кр}}^S(T)$ и $\tau_{\text{кр}}^G(T)$ – термическая и атермическая компоненты соответственно.

* Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 19-19-00217.

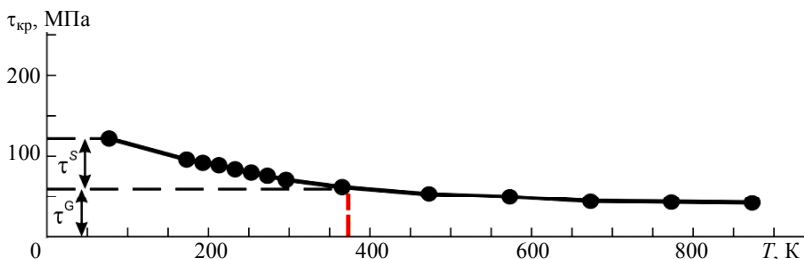


Рис. 1. Температурная зависимость критических скальвающих напряжений в монокристаллах $[\bar{1}44]$ высокоэнтропийного сплава $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ при деформации растяжением

При $T = 77$ К наблюдаются максимальные критические скальвающие напряжения 123 МПа, которые с увеличением температуры падают и при $T = 873$ К становятся равными 42 МПа. В результате отношение $\tau_{\text{кр}}(77 \text{ К})/\tau_{\text{кр}}(873 \text{ К}) = 2.9$, что характерно для сплавов замещения при деформации скольжением. Во-вторых, исследования дислокационной структуры показывают, что начало деформации действительно связано со скольжением в исследованном температурном интервале. Однако при $T \leq 296$ К в деформированных до 5 % кристаллах одновременно с плоскими скоплениями дислокаций наблюдаются дефекты упаковки, но двойников не обнаружено.

На рис. 2 представлены кривые течения монокристаллов $[\bar{1}44]$ ВЭС $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$, деформированных растяжением при температурах 77 К, 296 К, 473 К. В кристаллах $[\bar{1}44]$, ориентированных для одиночного сдвига, как и ожидалось, на кривых $\sigma(\epsilon)$ наблюдаются три стадии: стадия I – легкого скольжения, стадия II – линейного упрочнения и стадия III – динамического возврата. Коэффициент деформационного упрочнения $\theta_{\text{II}} = d\sigma/d\epsilon$ на стадии II линейного упрочнения зависит от температуры испытания: $\theta_{\text{II}}(77 \text{ К}) = 1170$, $\theta_{\text{II}}(296 \text{ К}) = 967$, $\theta_{\text{II}}(473 \text{ К}) = 854$, что не характерно для ГЦК-сплавов при деформации скольжением [2, 5]. Зависимость $\theta_{\text{II}} = d\sigma/d\epsilon$ на стадии II линейного упрочнения от температуры связана с появлением дефектов упаковки в этих кристаллах при $T \leq 296$ К и их отсутствием при $T > 296$ К.

Видно, что кристаллы $[\bar{1}44]$ при исследованных температурах характеризуются хорошей пластичностью равной 70–85 %, в результате которой достигается высокий уровень напряжений σ_{max} перед разрушением: $\sigma_{\text{max}}(77 \text{ К}) = 854$ МПа, $\sigma_{\text{max}}(296 \text{ К}) = 822$ МПа, $\sigma_{\text{max}}(473 \text{ К}) = 652$ МПа. σ_{max} с повышением температуры испытания уменьшаются в результате сильной температурной зависимости $\tau_{\text{кр}}(T)$. Разрушаются кристаллы вязко при всех исследованных температурах.

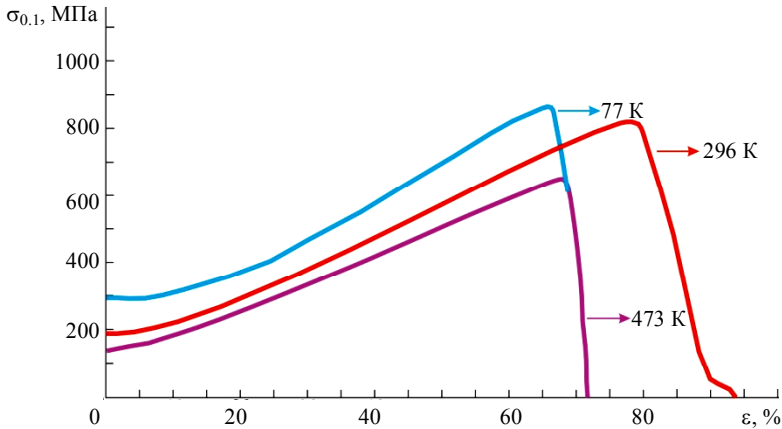


Рис. 2. Кривые течения монокристаллов $[\bar{1}44]$ высокоэнтропийного сплава $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ при деформации растяжением

Итак, исследования на монокристаллах $[\bar{1}44]$ ВЭС $(\text{FeNiCoCr})_{94}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ показали, что начало пластической деформации при растяжении связано со скольжением, которое определяет температурную зависимость $\tau_{\text{кр}}(T)$. Коэффициент деформационного упрочнения на стадии линейного упрочнения $\theta_{\text{II}} = d\sigma/d\varepsilon$ зависит от температуры испытания, что обусловлено наличием дефектов упаковки при $T \leq 296$ К, взаимодействие с которыми скользящих дислокаций приводит к росту θ_{II} , а при их отсутствии θ_{II} имеет наименьшие значения при температуре 473 К.

ЛИТЕРАТУРА

1. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., et al. Microstructures and properties of high-entropy alloys // Progress in Materials Science. – 2014. – V. 61. – P. 1–93.
2. Kireeva I., Chumlyakov Y., Vyrodova A., et al. Effect of particles on the mechanical behaviour of $\text{CoCrFeNiAl}_{0.3}$ high-entropy alloy single crystals // AIP Conference Proceedings. – 2019. – V. 2167. – P. 20159–20163.
3. Киреева И.В., Чуляков Ю.И. Пластическая деформация монокристаллов аустенитных нержавеющей сталей и ГЦК-высокоэнтропийных сплавов. – Томск: Изд-во НТЛ, 2018. – С. 1–22.
4. Вишняков Я.Д., Бабарэко А.А., Владимиров С.А., Эгиз И.В. Теория образования текстур в металлах и сплавах. – М.: Наука, 1979. – 342 с.
5. Бернер Р., Кронмюллер Г. Пластическая деформация монокристаллов. – М.: Мир, 1969. – 272 с.

Сараева Анастасия Александровна, магистр; Anastasia16-05@yandex.ru

Процессы динамического деформирования и разрушения в поликристаллических алюминиевых сплавах*

М.В. Сергеев, Е.С. Емельянова

¹Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Целью настоящей работы является исследование напряженно-деформированного состояния и разрушения алюминиевого сплава 6061-T6 с явным учётом трехмерной поликристаллической структуры материала, а также проведение сравнительного анализа влияния микроструктуры, скорости деформации, дополнительных граничных условий, моделирующих квазиплоскую деформацию, и изменения граничных условий на напряженно-деформированное состояние, локализацию пластической деформации и характер разрушения. Экспериментальные методики не позволяют рассмотреть влияние каждого из этих факторов в отдельности. Проведенное в данной работе исследование позволило разделить эти факторы и сделать выводы о влиянии каждого из них.

Трехмерные модели, учитывающие геометрию микроструктуры в явном виде, построены методом пошагового заполнения. Определяющие соотношения, построенные на основе термомеханической модели Нематта-Нассера и Гуо, учитывают скоростную чувствительность и дислокационные механизмы пластической деформации. Краевая задача динамического деформирования поликристаллических алюминиевых образцов решалась численно, методом конечных элементов с использованием конечно-элементного пакета ABAQUS/Explicit.

Для исследования влияния стесненных условий нагружения на характер разрушения поликристаллического алюминия проведены две серии расчетов, моделирующих процесс одноосного растяжения трехмерных образцов при различных скоростях деформации в диапазоне от 10 до 3000 с⁻¹. Расчеты проводились для двух типов граничных условий: (I) простое одноосное растяжение и (II) одноосное растяжение с дополнительными граничными условиями, моделирующими квазиплоскую деформацию. Простое одноосное растяжение вдоль оси X моделировалось заданием постоянных скоростей на двух противоположных гранях образца. Остальные грани были свободны от внешних сил. При моделировании одноосного растяжения в

* Работа выполнена в рамках государственной Программы фундаментальных научных исследований РАН на 2013–2020 гг.

стесненных условиях нагружения боковые поверхности образца задавались как плоскости симметрии. Для анализа процессов зарождения и роста трещин в данной работе используется локальный деформационный критерий разрушения.

Численно исследовано влияние скорости деформации на характер разрушения поликристаллического алюминия при динамическом деформировании. При скоростях деформации от 3000 с^{-1} влияние волновой динамики становится более значимым, чем влияние структурной неоднородности, что является причиной изменения места зарождения первичной трещины. При скорости деформации 10 с^{-1} в образце зарождается единичная трещина, распространяющаяся в плоскости, перпендикулярной направлению нагружения, и разделяющая образец на две приблизительно равные части. Начиная со скоростей деформации порядка 100 с^{-1} , появляются дополнительные локальные очаги разрушения, приводящие к множественному растрескиванию образца.

Показано, что стесненные условия деформирования оказывают значительное влияние на локализацию пластической деформации и характер разрушения поликристаллического алюминия. При наложении граничных условий моделирующих квазиплоскую деформацию, трещины стремятся распространиться под углом 45° к оси нагружения на закреплённых границах. Установлено, что с увеличением скорости деформации меняются места зарождения первичных трещин, увеличивается доля разрушенного материала и реализуется множественное растрескивание образца, который разделяется на несколько частей. При низких скоростях деформации образцы разделяются на две приблизительно равные по объёму части.

Авторы выражают глубокую благодарность своему научному руководителю Р.Р. Балохонову за полезные дискуссии и ценные замечания.

Сергеев Максим Владимирович, инженер ИФПМ СО РАН; sergeevmaximv@gmail.com
Емельянова Евгения Сергеевна, аспирантка НИ ТГУ; emelyanova_es13@mail.ru

Физико-химические характеристики поверхностного Ti-Ni-Ta-Si-сплава, сформированного на TiNi-подложке электронно-пучковым способом*

С.Ю. Тимошевская, Е.Ю. Гудимова, Л.Л. Мейснер

¹Национальный исследовательский

Томский государственный университет, г. Томск, Россия

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Известно [1–3], что формирование покрытий из тантала на поверхности TiNi-сплава приводит к повышению коррозионной стойкости материала, увеличению его рентгеноконтрастности, гемо- и биосовместимости. Данные свойства крайне важны при использовании сплава в сердечно-сосудистой хирургии для изготовления стентов, корзинок, окклюдеров. Однако эти изделия подвергаются постоянным циклическим нагрузкам, и существует риск отслоения покрытия от материала подложки. Электронно-пучковый способ формирования поверхностных сплавов позволит, с одной стороны, создать слой с заданными физико-химическими свойствами, с другой – решить проблему адгезии покрытия. Цель работы – исследование элементного состава и морфологии поверхностного Ti-Ni-Ta-Si-сплава, сформированного на TiNi-подложке электронно-пучковым способом.

В работе были исследованы образцы TiNi-сплава марки TN1 (ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»). Химический состав сплава (вес.%): 55 % Ni, 0.05 % C, 0.045 % O, 0.001 % N, баланс Ti. Подготовка исходной поверхности образцов TiNi-сплава включала в себя механическую шлифовку поверхности до «зеркального блеска» и электрохимическую очистку. Синтез поверхностного сплава проводили на автоматизированной установке «РИТМ-СП» (ИСЭ СО РАН, г. Томск) путем 10-кратного повторения цикла: магнетронное осаждение пленки и импульсное плавление-перемешивание ($n = 5$) низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) системы «Ti₆₀Ta₃₀Si₁₀ пленка – подложка TiNi» (образец TiNi-Ta₃₀Si₁₀).

Исследование морфологии поверхности образцов проводили на оптическом микроскопе Axiovert 200 MAT (Zeiss, Германия) и трёхмерном оптическом интерферометре-профилометре New View 6200 (Zygo, США). Исследование элементного состава образцов проводили с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) «LEO EVO 50» (Zeiss, Германия) методами волнодисперсионной спектроскопии (ВДС) с использованием систе-

* Работа выполнена при финансовой поддержке грантом РФФИ № 18-19-00198 (от 26.04.2018).

мы «Inca Wave 500» (Oxford Instruments, Англия) и энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) с использованием системы «Inca x-ACT» (Oxford Instruments, Англия) при ускоряющем напряжении $U = 10$ кВ. Используемое в работе экспериментальное оборудование располагается на базе ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН (г. Томск).

Согласно данным оптической микроскопии (рис. 1, *а*) и профилометрии (рис. 1, *б, в*), поверхность образца $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$ имеет однородную структуру с небольшим количеством микрократеров. Наличие микрократеров обусловлено предварительной НСЭП-обработкой, используемой в работе с целью очистки исходной поверхности TiNi -сплава от частиц Ti_2Ni и TiC [4–5]. Значения средней шероховатости (R_a) образцов TiNi и $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$ составляют 0.089 ± 0.002 мкм и 0.093 ± 0.009 мкм соответственно. Это свидетельствует о незначительном вкладе микрократеров в изменение рельефа поверхности образцов $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$.

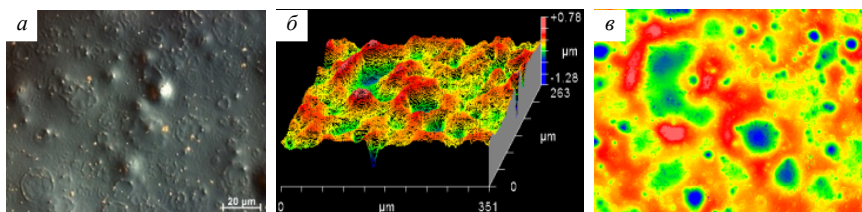


Рис. 1. Оптическое (*а*) и цифровые 3D- (*б*) и 2D- (*в*) изображения поверхности образца $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$.

По данным, полученным в результате картирования ЭДС/РЭМ (рис. 2), можно говорить об однородном распределении титана, тантала, кремния и никеля по поверхности образца $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$. Анализ элементного состава

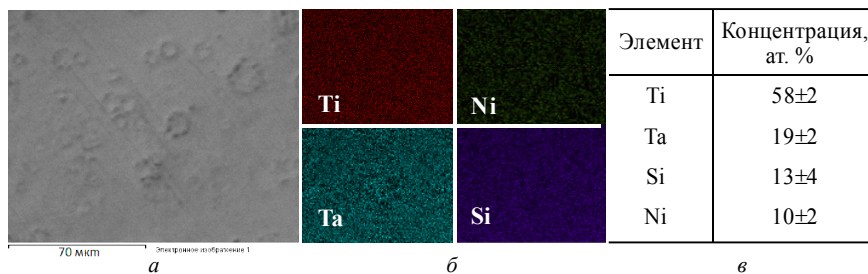


Рис. 2. РЭМ-изображение (*а*), карты распределения элементов по поверхности (*б*) и элементный состав (*в*), полученный методом ВДС/РЭМ ($U = 10$ кВ), образца $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$

методом ВДС/РЭМ ($U = 10$ кВ) показал, что концентрация элементов в поверхностном слое образца $\text{TiNi-Ta}_{30}\text{Si}_{10}$ толщиной 0.5 мкм отличается от состава $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{30}\text{Si}_{10}$ плёнки, осажденной магнетронным способом. Как видно, в поверхностном сплаве присутствует 10 ат.% никеля. Это связано с процессом диффузии в результате электронно-пучкового плавления системы пленка – подложка.

Таким образом, в результате магнетронного осаждения $\text{Ti}_{60}\text{Ta}_{30}\text{Si}_{10}$ пленки и последующего переplava её с TiNi -подложкой удалось сформировать поверхностный сплав, характеризующийся однородной морфологией и равномерным распределением элементов по поверхности.

Авторы выражают благодарность сотрудникам ИСЭ СО РАН к.ф.-м.н. А.Б. Маркову и Е.В. Яковлеву за модификацию поверхности TiNi -сплавов на установке «РИТМ-СП».

ЛИТЕРАТУРА

1. *Cheng Y. et al.* Surface modification of NiTi alloy with tantalum to improve its biocompatibility and radiopacity // *J. Materials Science.* – 2006. – V. 41. – No. 15. – P. 4961–4964.
2. *Cheng Y. et al.* Surface characteristics and corrosion resistance properties of TiNi shape memory alloy coated with Ta // *Surface and Coatings Technology.* – 2004. – V. 186. – P. 346–352
3. *Li Y. et al.* Corrosion behavior and surface characterization of tantalum implanted TiNi alloy // *Surface and Coatings Technology.* – 2008. – V. 202. – No. 13. – P. 3017–3022.
4. *Meisner L.L. et al.* Effect of inclusions on cratering behavior in TiNi shape memory alloys irradiated with a low-energy, high-current electron beam // *Surface and Coatings Technology.* – 2016. – V. 302. – P. 495–506.
5. *Мейснер Л.Л. и др.* Многослойная структура поверхностной области и влияние остаточного кислорода на ее формирование при обработке сплава TiNi низкоэнергетическим сильнофокусированным электронным пучком // *Изв. вузов. Физика.* – 2019. – Т. 62. – №. 8. – С. 112–120.

Тимошевская Светлана Юрьевна, техник; feringere@mail.ru

Гудимова Екатерина Юрьевна, к.ф.-м.н., доцент, мл. науч. сотр. лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий (ЛМПиН) ИФПМ СО РАН; egu@ispms.tsc.ru

Мейснер Людмила Леонидовна, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр. лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий (ЛМПиН) ИФПМ СО РАН; llm@ispms.tsc.ru

Функциональные свойства состаренных под нагрузкой в мартенсите монокристаллов ферромагнитного сплава $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ (ат. %)

А.Б. Тохметова, Н.Г. Ларченкова

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Монокристаллы ферромагнитного сплава $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ (ат.%) с термоупругими мартенситными превращениями (МП) испытывают большие обратимые деформации при изменении температуры под действием нагрузки и/или магнитного поля. После роста без дополнительных термических обработок сплавы проявляют такие эффекты, как эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ), которые вдоль высокопрочной [001]-ориентации сопровождаются изменением размеров образца до -6.25% при сжатии и $+13.5\%$ при растяжении [1]. Однако на монокристаллах $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ дополнительно возможно индуцировать двусторонний ЭПФ (ДЭПФ), который в отличие от ЭПФ реализуется при охлаждении/нагреве без внешней нагрузки, и эффект ферроэластичности (ФЭ), отличающийся от СЭ тем, что изменение размеров образца происходит за счет переориентации стабилизированного варианта мартенсита в циклах нагрузка/разгрузка. Известно, что ДЭПФ и ФЭ возможно получить путем старения в мартенситном состоянии под сжимающей нагрузкой (СМН) [2], которое сопровождается стабилизацией ориентированного варианта мартенсита посредством перераспределения точечных дефектов и атомов разного сорта в соответствии с симметрией кристаллов мартенсита [3]. Ранее систематических исследований функциональных свойств после СМН на монокристаллах $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ не проводилось. Поэтому целью настоящей работы является исследование влияния СМН на проявление ДЭПФ и ФЭ в монокристаллах сплава $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$.

Исследование проведено на монокристаллах $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ после закалки от 1448 К, 1 ч. Показано, что монокристаллы находятся в двухфазном состоянии: высокотемпературная В2-фаза и включения γ -фазы, объемная доля которых не превышает $\sim 1-2\%$. На образцах в форме параллелепипеда ($3 \times 3 \times 6 \text{ мм}^3$) СМН проводилось вдоль [110]_{В2}-ориентации, так как вдоль данного направления под действием нагрузки происходит стабилизация ориентированного мартенсита, способствующая увеличению размеров образца вдоль перпендикулярного [001]_{В2}-направления до $+13.5\%$. Подробнее методика эксперимента представлена в [2, 4].

В настоящем исследовании СМН проводилось при $T_I = 373$ К и $T_{II} = 423$ К, 1 ч, под нагрузкой $\sigma_I = 300$ МПа и $\sigma_{II} = 450$ МПа соответственно. Такие режимы выбраны, исходя из условия эффективного наведения ДЭПФ за счет СМН [4]. Показано, что после СМН при $T_I = 373$ К вдоль $[110]_{B2}$ -направления наблюдается сжимающий ДЭПФ величиной -3.0 % и растягивающий ДЭПФ вдоль $[001]_{B2}$ -направления $+7.0$ % (рис. 1). При СМН повышение температуры до $T_{II} = 423$ К и напряжения до $\sigma_{II} = 450$ МПа старения приводит к увеличению сжимающего ДЭПФ до -4.0 %, и растягивающего до $+9.0$ %. (рис. 1). Экспериментально показано, что после СМН при $T_{II} = 423$ К происходит смещение характеристических температур МП в область высоких, а температурный интервал МП становится более узким, т. е. Δ_1 и $\Delta_2 \rightarrow 0$ ($\Delta_1 = M_s - M_f$, $\Delta_2 = A_f - A_s$). Работа, совершаемая материалом при проявлении ДЭПФ, после СМН при $T_I = 373$ К мала и составляет $W = 0.004$ Дж/г. Однако после СМН при $T_{II} = 423$ К наблюдается максимальная работа $W_{\max} = 0.14$ Дж/г, что превышает экспериментальное значение, полученное на высокопрочных кристаллах сплава

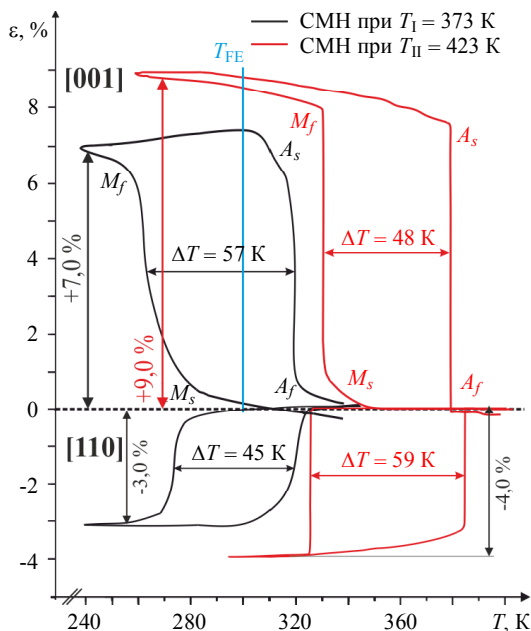


Рис. 1. Кривые зависимости деформации от температуры при проявлении ДЭПФ после СМН при 373 К и 423 К вдоль $[110]_{B2}$ - и $[001]_{B2}$ -направлений.

$\text{Ni}_{24.5}\text{Ti}_{50.5}\text{Pd}_{25}$, $W = 0.12$ Дж/г [5]. Таким образом, экспериментально показано, что увеличение температуры и напряжения старения способствуют повышению эффективности диффузионных процессов, происходящих во время СМН и значительному улучшению функциональных свойств материала.

После СМН при $T_{II} = 423$ К вдоль $[001]_{\text{B2}}$ -направления проведено исследование СЭ и ФЭ (рис. 2, а, б). При развитии термоупругих МП в условиях СЭ (при $T = 403$ К $> A_f = 383$ К) наблюдается обратимая деформация величиной $\varepsilon_{\text{СЭ}} = -3.1$ % и высокие критические напряжения образования мартенсита $\sigma_{\text{cr}} = 120$ МПа (рис. 2, а). При переориентации мартенситных вариантов в условиях ФЭ ($T = 300$ К $< M_s = 330$ К) обратимая деформация достигает $\varepsilon_{\text{ФЭ}} = -14.8$ % с $\sigma_{\text{cr}} = 20$ МПа (рис. 2, б). Экспериментально показано, что после СМН при реализации ФЭ σ_{cr} для переориентации мартенситных вариантов в 6 раз ниже, а обратимая деформация в 5 раз больше, чем при проявлении СЭ.

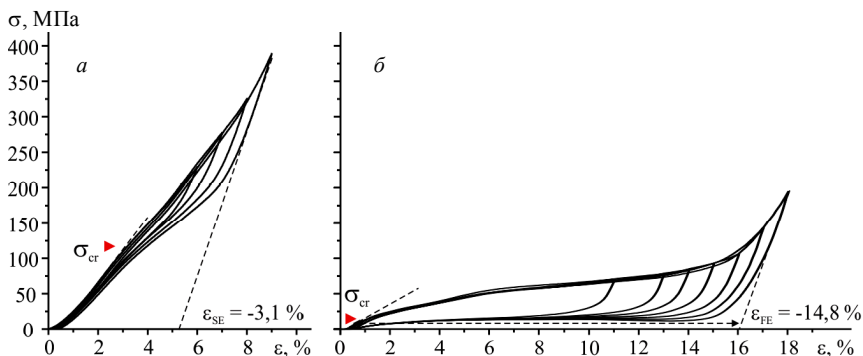


Рис. 2. Кривые зависимости $\sigma(\varepsilon)$, демонстрирующие развитие эффекта ФЭ при 300 К (а) и СЭ при 403 К (б) вдоль $[001]_{\text{B2}}$ -направления после СМН при $T_{II} = 423$ К

Таким образом, показано, что на монокристаллах $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ повышение температуры до 423 К и напряжения старения до 450 МПа приводит к увеличению обратимой деформации при проявлении ДЭПФ до +9.0 %, наблюдению взрывоподобного превращения (Δ_1 и $\Delta_2 \rightarrow 0$), сдвигу характеристических температур МП в область высоких температур на 54 К. После СМН при 423 К впервые получена ФЭ с величиной обратимой деформации -14.8 % с низкими $\sigma_{\text{cr}} = 20$ МПа.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Sutou Y. et al.* Stress-strain characteristics in Ni–Ga–Fe ferromagnetic shape memory alloys // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – V. 84. – No. 4. – P. 1275–1277.
2. *Panchenko E.* Giant rubber-like behavior induced by martensite aging in $\text{Ni}_{151}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_4$ single crystals // *Scripta Materialia.* – 2019. – V. 162. – P. 387–390.
3. *Niendorf T. et al.* Martensite aging – avenue to new high temperature shape memory alloys // *Acta Mater.* – 2015. – V. 89. – P. 298–304.
4. *Tokhmetova A.B. et al.* Influence of stress-induced martensite ageing on the shape memory effects in as-grown and quenched [011]-oriented single crystals of $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ alloy // *Mater. Research Proceedings.* – 2018. – V. 9. – P. 48–52.
5. *Atli K.C. et al.* Work production using the two-way shape memory effect in NiTi and a Ni-rich NiTiHf high-temperature shape memory alloy // *Smart Mater. Struct.* – 2015. – V. 24. – P. 125023.

Тохметова Аида Бауыржановна, магистрантка; aida-tx@mail.ru

Ларченкова Наталья Геннадьевна, инженер; vetoshkina23011991@mail.ru

Особенности развития мартенситных превращений в сплаве $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ после выдержки в мартенситном состоянии под растягивающей нагрузкой

И.Д. Фаткуллин, А.И. Тагильцев

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Сплавы на основе NiTiHf ценятся из-за своих прочностных свойств, коррозионной устойчивости, возможности испытывать термоупругие мартенситные превращения (МП) и проявлять такие свойства, как эффект памяти форм (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ) [1]. Известно [2], что после выдержки в мартенсите под нагрузкой (ВМН) сплавы могут проявлять такие свойства, как ферроэластичность, двусторонний эффект памяти формы (ДЭПФ), увеличивать свои прочностные свойства и повышать характеристические температуры. Сплавы на основе NiTi являются распространенными и востребованными, в частности высокотемпературные сплавы NiTiHf , обладающие также высокими прочностными свойствами. Однако на текущий момент недостаточно данных о влиянии выдержки в мартенситном состоянии на закономерности развития термоупругих МП в сплавах NiTiHf , поэтому целью текущей работы является изучение функциональных свойств в сплавах NiTiHf после проведения выдержки в мартенситном состоянии.

Поликристаллы сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ (ат.%) получены путем электродуговой плавки из компонентов высокой чистоты (99.99 %). Средний размер зерна в поликристаллах составлял ~ 36 мкм и не наблюдалось его значительного изменения после проведения дополнительных термических обработок. Материал был исследован в следующих структурных состояниях:

1) поликристаллы после плавки с отжигом 773 К в течение 3 ч с последующим медленным охлаждением;

2) (1) + выдержка в мартенситном состоянии под нагрузкой (300 МПа, 428 К, 3 – 12 ч).

Температуры термоупругого В2 – В19' МП в состаренных при 773 К, 3 ч, поликристаллах сплава NiTiHf исследовались посредством дифференциальной сканирующей калориметрии DSC с использованием прибора NETZSCH DSC 404F1 DSC со скоростью охлаждения/нагрева 10 К/мин и составляли: $M_s = 421$ К, $M_f = 407$ К, $A_s = 439$ К, $A_f = 453$ К.

Была исследована микроструктура состаренных при 773 К, 3 ч, поликристаллов сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$. Выдержка в мартенситном состоянии поликристаллов NiTiHf приводит к выделению частиц Н-фазы со средним

размером 10–15 нм, которые имеют гранецентрированную орторомбическую решетку с параметрами $a = 4a_0$, $b = 2\sqrt{2}a_0$, $c = 6\sqrt{2}a_0$ [3].

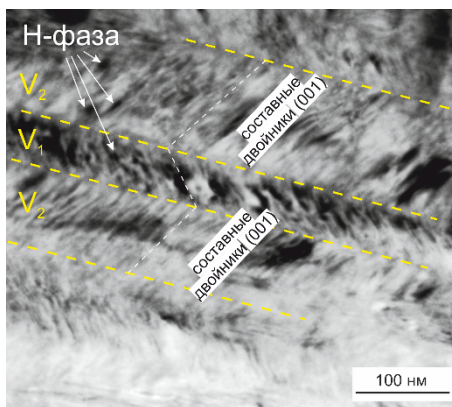


Рис. 1. Микроструктура исследованных поликристаллов $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ в состоянии (1)

ВМН индуцирует в материале высокотемпературный ДЭПФ с величиной обратимой деформации 2.3 % при $T > 373$ К. Появление ДЭПФ после ВМН реализуется вследствие того, что происходит перераспределение атомов и дефектов в материале, и рост ориентированного мартенсита при охлаждении в свободном состоянии идет из-за существования ориентированных упругих внутренних полей напряжений и стабилизации мартенсита. При этом величина обратимой деформации при ДЭПФ превышает значения, полученные в исследованиях сплава NiTiHf после экструзии и дополнительного отжига за счет длительных тренировок – проведение 100, 600, 1600 циклов охлаждения/нагрев под действием постоянной нагрузки [4]. Из этого можно сделать вывод, что ВМН является действенным инструментом для создания ДЭПФ в сплавах NiTiHf .

Значительное увеличение обратимой деформации от 2.7 до 3.7 % достигается после ВМН при низких приложенных напряжениях (100 МПа). При дальнейшем увеличении внешних напряжений (до 200–300 МПа) материал достигает максимальной величины обратимой деформации (4.5 ± 0.3) %.

После проведения ВМН в материале снижаются характеристические температуры A_s и M_f , а именно: наблюдается уменьшение температур на 10–12 К при всех уровнях приложенных напряжений (100–300 МПа), а термический гистерезис превращения при этом достигает минимума в 31 К. Это свидетельствует о значительном накоплении упругой энергии в ходе

прямого МП, которая в дальнейшем становится движущей силой обратного МП, как следует из термодинамического описания превращения [5].

Таким образом, выдержка в мартенситном состоянии состаренных при 773 К, 3 ч, поликристаллов сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ (ат. %) приводит к значительным изменениям закономерностей развития МП и способствует, во-первых, генерации растягивающего одноосного ДЭПФ с обратимой деформацией до 2.3 %, величина которой является самой большой в литературе, а способ получения наиболее простой. Во-вторых, ВМН приводит к уменьшению характеристических температур A_s и M_f на 10–12 К, соответственно расширяя интервал температурного развития МП на это же значение, что связано с механической стабилизацией мартенсита при выдержке и затрудненным раздвоиникованием кристаллов мартенсита.

Автор выражает благодарность своим научным руководителям д.ф.-м.н. Е.Ю. Панченко и д.ф.-м.н., проф. Ю.И. Чумлякову за совместное обсуждение и анализ полученных результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Saghaian S.M., Karaca H.E., Tobe H., Turabi A.S., Saedi S., Saghaian S.E., Chumlyakov Y.I., Noebe R.D.* High strength NiTiHf shape memory alloys with tailorable properties // *Acta Materialia*. – 2017. – V. 134. – P. 211220.
2. *Otsuka K., Ren X.* Mechanism of martensite aging effects and new aspects // *Materials Science and Engineering*. – 2001. – V. 312. – P. 207–218.
3. *Yang F., Coughlin D.R., Phillips P.J., Yang L., Devaraj A., Kovarik L., Noebe R.D., Mills M.J.* Structure analysis of a precipitate phase in an Ni-rich high-temperature NiTiHf shape memory alloy // *Acta Materialia*. – 2013. – V. 61. – P. 3335–3346.
4. *Atli K.C., Karaman I., Noebe R.D., Bigelow G., Gaydos D.* Work production using the two-way shape memory effect in NiTi and a Ni-rich NiTiHf high-temperature shape memory alloy // *Smart materials and structures*. – 2015. – V. 24. – P. 125023.
5. *Panchenko E.Yu., Chumlyakov Yu.I., Kireeva I.V., Ovsyannikov A.V., Sehitoglu H., Karaman I., Maier Y.H.J.* Effect of disperse Ti3N4 particles on the martensitic transformations in titanium nickelide single crystals // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2008. – V. 106. – No. 6. – P. 597609.

Фаткуллин Илья Дмитриевич, студент; Fatkullin_92@mail.ru
Тагильцев Антон Игоревич, аспирант; antontgl@gmail.com

Влияние температуры старения на сверхэластичность в монокристаллах ферромагнитного сплава CoNiAl

Э.И. Янушоните, А.С. Ефтифеева

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

На сегодняшний день основу промышленных систем управления составляют измерительные и исполнительные устройства. Для конструирования таких приборов широко используются «интеллектуальные» материалы, которые обеспечивают преобразование механической энергии в тепловую, электрическую, магнитную или химическую энергию, и наоборот. К таким материалам относятся ферромагнитные сплавы с памятью формы, имеющие возможность обратимого управления их формой и размерами с помощью температуры, механического напряжения и магнитного поля. Использование таких материалов позволит добиться больших обратимых деформаций за счет реализации мартенситных превращений (МП).

Перспективным ферромагнитным сплавом с термоупругим $B2-L1_0$ МП является сплав CoNiAl. В сплаве CoNiAl за счет старения при $T \geq 473$ К, при котором в B2-матрице выделяются дисперсные частицы, можно управлять температурами МП и прочностными свойствами, а также реализовать высокую циклическую стабильность функциональных свойств [1]. Выделяющиеся частицы выступают как упругие элементы, запасующие упругую энергию при развитии прямого МП и способствующие обратному МП [2]. Следовательно, в состаренном сплаве CoNiAl при выделении дисперсных частиц будут созданы необходимые условия для проявления эффекта памяти формы (ЭПФ) и высокотемпературной сверхэластичности (СЭ) в широком интервале температур. [3]. Цель данной работы заключается в исследовании влияния старения на развитие термоупругих $B2-L1_0$ МП, СЭ и ее циклическую стабильность в монокристаллах CoNiAl, ориентированных вдоль $[001]_{B2}$ -направления.

Монокристаллы ферромагнитного сплава $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ (ат.%) выращены методом Бриджмена. Для изучения температурной зависимости электросопротивления использовали образцы с площадью поперечного сечения $S = 2.86$ мм² и длиной $L = 12$ мм. Для механических испытаний были использованы образцы в форме прямоугольных параллелепипедов с площадью поперечного сечения $S = 9$ мм² и длиной $L = 6$ мм. Ось сжатия/растяжения соответствует длинной стороне образца и имеет кристаллографическую ориентацию $[001]_{B2}$. Предварительно гомогенизированные при 1623 К, 0.5 ч и закаленные в воду комнатной температуры (закаленное

состояние) образцы подвергли старению в инертном газе 0.5 ч при температурах 573 К и 673 К.

При старении происходит выделение наноразмерных частиц (сферические частицы со сверхструктурой A_5B_3 , размером ~ 3 нм и вытянутых частицы ϵ -Co с ГПУ-решеткой и размером ~ 20 – 30 нм), приводящее к смещению температур МП в область низких температур по сравнению с исходным состоянием [3]. Причем, чем выше температура старения, тем ниже температуры МП. Изменение температуры M_s после старения при температуре 573 К составляет $\Delta M_s = 52$ К, а при 673 К в 2 раза больше – $\Delta M_s = 96$ К, по сравнению с закаленным состоянием, где $M_s = 271$ К.

На рис. 1 представлена температурная зависимость критических напряжений образования мартенсита $\sigma_{кр}(T)$ для различных структурных состояний. С увеличением температуры испытания критические напряжения растут в соответствии с уравнением Клапейрона – Клаузиуса [4] для всех кристаллов с близкими коэффициентами наклона $\alpha = d\sigma_{кр}/dT = 1.5$ – 1.8 МПа/К. Закаленные кристаллы демонстрируют высокотемпературную СЭ от 373 К до 473 К ($\Delta T_{СЭ} = 100$ К). В состаренных монокристаллах интервал сверхэластичности увеличивается в 3.2–3.6 раза и расширяется как в низко- так и высокотемпературную области по сравнению с закаленным состоянием: от 223 К до 548 К ($\Delta T_{СЭ} = 325$ К) – старение при 573 К, от 190 до 553 К ($\Delta T_{СЭ} = 360$ К) – старение при 673 К.

Старение приводит к упрочнению В2–матрицы дисперсными частицы ϵ -Co. Критические напряжения для развития МП под нагрузкой состаренных монокристаллов выше, чем закаленных. Например, при температуре испытания $T = 423$ К критические напряжения для закаленных кристаллов равны $\sigma_{кр} = 157$ МПа, для состаренных при 573 К напряжения в 2.5 раза выше – $\sigma_{кр} = 382$ МПа, для состаренных при 673 К в 4 раза выше – $\sigma_{кр} = 621$ МПа.

Из рис. 1 видно, что коэффициент α возрастает до 4.5 МПа/К выше $\Delta T_{СЭ}$ для закаленных кристаллов и до 2.2–3.7 МПа/К в конце $\Delta T_{СЭ}$ для состаренных кристаллов. В закаленных и состаренных кристаллах выше $T > 473$ К отклонение от линейности зависимости $\sigma_{кр}(T)$ может быть связано с дополнительным вкладом в деформацию превращения за счет разницы модулей упругости аустенита и мартенсита $E_A \neq E_M$ при повышенных температурах. Кроме того, в закаленных кристаллах при данных температурах могут протекать процессы дисперсионного твердения.

Показано, что состаренные монокристаллы CoNiAl выдерживают 10^4 циклов нагрузка/разгрузка при комнатной температуре $T = 300$ К, сжимающей нагрузке 240 МПа и частоте 0.7 Гц без разрушения и без существенной деградации параметров СЭ.

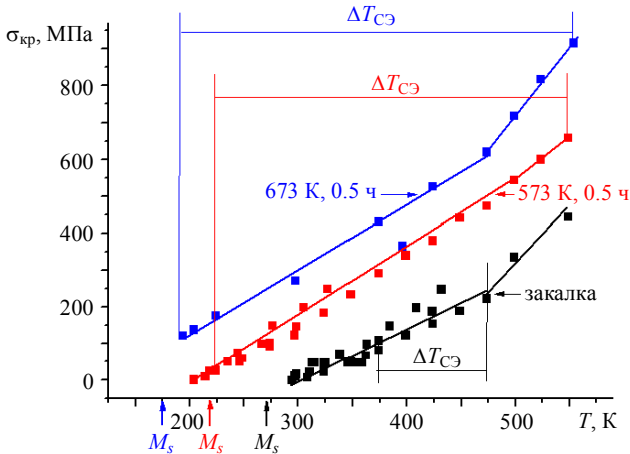


Рис. 1. Зависимость $\sigma_{кр}(T)$ для закаленных и состаренных кристаллов CoNiAl

Итак, при старении выделяются сферические наноразмерные частицы со сверхструктурой A_5B_3 и вытянутые наноразмерные частицы ϵ -Co, не испытывающие МП, приводящие к расширению интервала развития МП под нагрузкой на $\Delta M_s = 52\text{--}96$ К, максимальному температурному интервалу СЭ 325–360 К, высокой циклической стабильности СЭ (10^4 циклов нагрузка/разгрузка при комнатной температуре), упрочнению материала в 2.5–4.0 раза по сравнению с закаленным состоянием.

ЛИТЕРАТУРА

1. Tanaka Y., Oikawa K., Sutou Y., Omori T., Kainuma R., Ishida K. Martensitic transition and superelasticity of Co–Ni–Al ferromagnetic shape memory alloys with $\beta+\gamma$ two-phase structure // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – V. 438–440. – P. 1054–1060.
2. Hornbogen E., Mertinger V., Wurzel D. Microstructure and tensile properties of two binary NiTi-alloys // *Scripta Mater.* – 2001. – V. 44. – P. 171–178.
3. Eftifeeva A.S. et al. Compressive response of high-strength [001]-oriented single crystals of a $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ shape memory alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2019. – V. 787. – P. 963–971.
4. Оцука К. и др. Сплавы с эффектом памяти формы. – М: Металлургия, 1990. – 222 с.

Янушоните Элеонора Ионовна, магистрантка, инженер лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ; yanushonite@mail.ru

Ефтифеева Анна Сергеевна, аспирантка, инженер лаборатории физики высокопрочных кристаллов СФТИ ТГУ

Секция 2

ФИЗИКА ПОЛУПРОВОДНИКОВ И ДИЭЛЕКТРИКОВ

Расчет энергии адсорбции атомов Si из первых принципов на 3C-SiC(111) и карбиде кремния, покрытом графеном

А.О. Алексеев

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Одним из наиболее перспективных материалов в современной наноэлектронике является графен [1, 2], монослой графита, обладающий рядом уникальных свойств, таких как линейный закон дисперсии, сверхвысокая прочность и упругость [3], а также исключительная термостойкость [4]. Массовое производство высококачественных графеновых слоев возможно благодаря использованию метода термического разложения карбида кремния [5, 6]: при температуре выше 1500 К карбид кремния разлагается на кремний и углерод, при этом атомы кремния десорбируются с поверхности, а остающиеся на поверхности атомы углерода формируют слои графена. В качестве исходного материала для получения графеновых слоев могут использоваться как монокристаллы SiC, так и эпитаксиальный карбид кремния, выращенный на кремниевых подложках [7]. Последний метод хорош тем, что реализуется на современных технологических цепочках изготовления электроники на основе кремния. В сравнении с другими способами получения графена, к примеру, методом механического отщепления монослоев графита [8], графеновые слои выращиваются на естественном изоляторе, карбиде кремния, и не требуют переноса на изолирующую подложку.

Для массового производства графена необходим контроль за толщиной получаемых слоев, что до сих пор является большой проблемой, вследствие технологических ограничений, не позволяющих получать большие и однородные по толщине графеновые слои [9]. Для оптимизации метода получения эпитаксиального графена крайне важно детальное изучение поверхностных процессов, протекающих на поверхности карбида кремния, в частности, необходимо уточнение моделей формирования графеновых слоев, что требует определения энергий адсорбции атомов кремния и углерода на карбиде кремния и на графене. Энергии адсорбции кремния и угле-

рода чрезвычайно сложно оценить экспериментально, однако можно рассчитать из первых принципов.

Расчеты выполнялись из первых принципов методом функционала электронной плотности с использованием пакета программ FHI-aims, в котором реализовано полноэлектронное представление атомных орбиталей с использованием табулированных численных функций, центрированных на атомах [10]. Обменно-корреляционное взаимодействие учитывалось в рамках приближения обобщенного градиента (GGA) [11] в параметризации Пердью–Бурке–Эрнцерхофа (PBE) [12]. Расчет дисперсионных взаимодействий проводился в рамках метода многоэлектронной дисперсии (MBD), который хорошо зарекомендовал себя в расчетах полупроводниковых структур [13].

Вычисления проводились с использованием структурной модели реконструированной поверхности $\sqrt{3} \times \sqrt{3} R30$ кубического политаипа 3C-SiC ориентации (111). Рассчитывалась энергия адсорбции Si на чистой поверхности 3C-SiC(111), а также на поверхности 3C-SiC(111), покрытой бислоем графена в беральной упаковке AB. Расчитаны диффузионные барьеры для миграции адатомов Si по поверхности графена и между графеновыми слоями.

Выявлено, что энергия адсорбции адатома Si на бислое графена примерно на 0.5 эВ выше, чем энергия внедрения атома между слоями графена. При этом влияние сил Ван-дер-Ваальса значительно, особенно при адсорбции на верхний слой графена. Показано, что диффузия на слоях графена протекает на порядок быстрее, по сравнению с диффузией между ними.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Novoselov K.S. et al. // Science. – 2004. – V. 306. – P. 666.*
2. *Novoselov K.S. et al. // Nature. – 2005. – V. 438. – P. 197.*
3. *Галауев А.Е., Рахманова О.Р. // УФН. – 2014. – V.184. – P. 1045.*
4. *Zakharchenko K.V. et al. // J. Phys.: Condens. Matter. – 2011. – V. 23. – P. 202.*
5. *Emtsev K.V. et al. // Nature Materials. – 2009. – V. 8. – P. 203.*
6. *Yazdi G.R., Iakimov T., Yakimova R. // Crystals. – 2016. – V. 6. – P. 53.*
7. *Fukidome H. et al. // Jpn. J. Appl. Phys. – 2009. – V. 49. – No. 1S. – P. 01AH03.*
8. *Novoselov K. et al. // Nature. – 2012. – V. 490. – No. 7419. – P. 192–200*
9. *Allen M.J., Tung V.C., Kaner R.B. // Chem. Rev. – 2010. – V. 110. – No. 1. – P. 132.*
10. *Blum V. et al. // Comput. Phys. Commun. – 2009. – V. 180. – P. 2175–2196.*
11. *Perdew J.P., Burke K., Ernzerhof M. // Phys. Rev. Lett. – 1996. – V. 77. – P. 3865–3868.*
12. *Liu X. et al. // J. Phys. Chem. C. – 2011. – V. 115. – P. 11976–11982.*
13. *Tkatchenko A. // Adv. Funct. Mater. – 2015. – V. 25. – P. 2054–2061.*

Алексеев Александр Олегович, магистрант ТГУ; a.a.o@tuta.io

Свойства КНС-структур, сформированных водородным переносом и ионной имплантацией*

В.А. Антонов, В.П. Попов, С.М. Тарков, И.Е. Тыщенко

Институт физики полупроводников СО РАН, г. Новосибирск, Россия

Одним из ключевых достоинств структур кремний-на-сапфире (КНС), обуславливающих возможность их применения в современной вычислительной и СВЧ-технике, системах связи, космической и военной промышленности, является эффективный теплоотвод сапфировой подложкой. Но, как отмечалось нами ранее [1], технологические термообработки ~ 1000 °С, необходимые для отжига имплантационных дефектов, приводят к накоплению встроенного положительного заряда вблизи гетерограницы из-за окисления кремния и формирования вакансий кислорода в сапфире, ухудшающего их приборные характеристики. С целью уменьшения этого заряда было предложено введение промежуточных диэлектрических слоёв (SiO_2 , HfO_2 , $\text{Hf}_x\text{Zr}_{1-x}\text{O}_2$, AlN) на гетерогранице кремний – сапфир, обработка С-поверхности сапфира в N^+ -плазме или имплантация ионов азота в сапфир перед сращиванием. Ионы N^+ с энергией ~ 50 эВ или 50 кэВ соответственно внедрялись до флюэнсов $\sim 10^{15} - 10^{16} \text{ см}^{-2}$ при комнатной температуре. После сращивания и переноса 500 нм слоя кремния имплантированным водородом при 450 °С кремний утончался последовательными операциями окисления при 1000–1100 °С до толщин ~ 50 нм. На поверхности кремния вытраивались мезаструктуры размером 1×1 мм. На его поверхность наносился металлический затвор для измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) [2].

Проводимость слоёв кремния-на-сапфире (КНС) с встроенными на гетерогранице тонкими диэлектрическими слоями исследована методом псевдо-МОП транзистора (рис. 1, а). Присутствие в оксидах вакансий кислорода и протонов, являющихся центрами захвата зарядов и их перемещения в оксидах ведет к появлению гистерезиса в P – E -зависимостях, аналогичных сегнетоэлектрическому переключению, но связанному или с перезарядкой центров и реполяризацией диполей на гетерограницах, или с генерацией двойного электрического слоя. Внедрение в сапфир ионов азота, обеспечивает пассивацию диполей и отсутствие переключения проводимости в слое кремния в полях вплоть до $\sim 10^6$ В/см.

Нанесение вместо SiO_2 с низкой теплопроводностью тонких напряжённых слоёв на основе HfO_2 и их модификаций с добавлением Zr, Al приво-

* Работа поддержана проектом РФФИ № 19-42-543012.

дит к проявлению сегнетоэлектрических свойств межслойного диэлектрика, подтверждённых экспериментально сток-затворными характеристиками КНС псевдо-МОП транзисторов, демонстрирующих окна памяти MW ~ 800 В на подложках сапфира толщиной 70, 150 и 500 мкм.

Предложена методика измерений релаксации тока в зависимости от приложенного напряжения затвора псевдо-МОП-транзистора и времени измерений (рис. 1, б). Медленная релаксация тока наблюдается в КНС-структурах с азотированной сапфировой подложкой. По-видимому, она связана с захватом основных носителей заряда на кластерах AlN в сапфире и с формированием плавающего затвора, медленное стекание заряда с которого обусловлено утечкой по ловушкам в оксиде кремния.

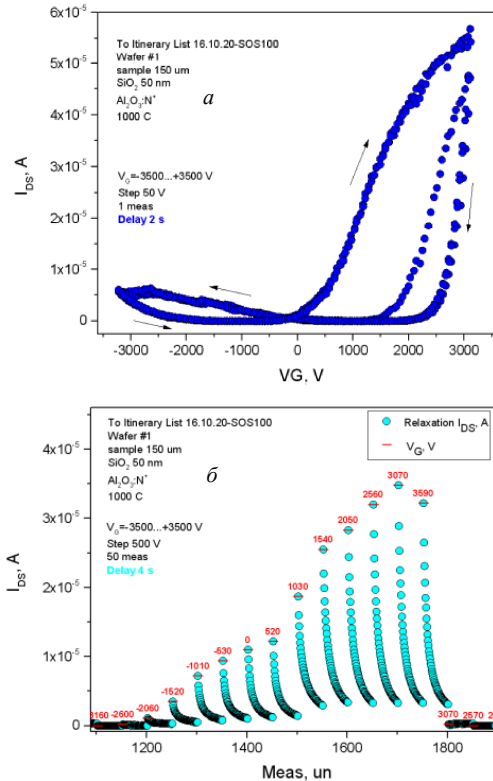


Рис. 1. Сток-затворные кривые КНС псевдо-МОП-транзистора со слоем SiO₂ толщиной 50 нм и азотированной сапфировой подложкой (а) и кривые релаксации тока стока в указанной структуре (б)

ЛИТЕРАТУРА

1. *Попов В.П., Антонов В.А., Вдовин В.И.* Положительный заряд в КНС-гетероструктурах с межслойным оксидом кремния // ФТП. – 2018. – Т. 52. – № 10. – С. 1220–1227.
2. *Neftye N., Cristoloveanu S., Ghibaudo G., et al.* Adaptation of the pseudo-MOS transistor for the characterization of silicon-on-sapphire films // Sol.-State Electron. – 2000. – V. 44. No. 10. – P. 1711–1715.

Антонов Валентин Андреевич, ведущий инженер-технолог, мл. науч. сотр.;
ava@isp.nsc.ru

Попов Владимир Павлович, д.ф.-м.н., зав. лабораторией; popov@isp.nsc.ru

Тарков Сергей Михайлович, ведущий инженер-электроник; ser-tarkov@yandex.ru

Тыщенко Ида Евгеньевна, д.ф.-м.н., гл. науч. сотр.; tys@isp.nsc.ru

Вклад обратного флексоэлектрического эффекта в фоторефрактивный отклик при встречном взаимодействии световых пучков в кристалле среза (110)

Н.С. Беспалов, В.А. Леванисов, В.В. Кочетова,
С.С. Шамаков, С.М. Шандаров

*Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники, г. Томск, Россия*

Экспериментальное исследование сигнала фазовой демодуляции в адаптивном голографическом интерферометре, основанном на отражательных голограммах, сформированных световыми пучками с круговыми поляризациями разных знаков вращения в фоторефрактивных кристаллах разных срезов [1], позволяет выявлять вклады эффектов в фоторефрактивный отклик, разделять их по физическим механизмам и анализировать количественно. Интерес к таким исследованиям вызван необходимостью описания новых явлений, наблюдаемых в устройствах динамической голографии.

В настоящем сообщении представлены результаты исследования встречного взаимодействия для стационарного пучка накачки и фазомодулированного сигнального пучка, имеющих круговые поляризации разных знаков вращения, в кристалле $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ среза (110). Теоретическое описание проводилось аналогично описанному в [2] подходу. Полагалось, что в фоторефрактивный отклик дает дополнительный вклад обратный флексоэлектрический эффект.

$$M_0 = 1 + J_0(\varphi_m) \left\{ \exp(\Gamma_a d) - 1 + \frac{\Gamma_{il}^2}{\Gamma_a^2 + (4\rho - \Gamma_f)^2} \times \right. \\ \left. \times \left[1 + \exp(\Gamma_a d) - 2 \exp\left(\frac{\Gamma_a}{2} d\right) \cos\left(\left(2\rho - \frac{\Gamma_f}{2}\right) d\right) \right] \right\}; \quad (1)$$

$$M_1 = -4J_0(\varphi_m) J_1(\varphi_m) \exp\left(\frac{\Gamma_a}{2} d\right) \sin\left(\frac{\Gamma_f}{2} d\right); \quad (2)$$

$$M_2 = 4J_0(\varphi_m) J_2(\varphi_m) \left[\exp\left(\frac{\Gamma_a}{2} d\right) \sin\left(\frac{\Gamma_f}{2} d\right) - 1 \right], \quad (3)$$

где $J_n(\varphi_m)$ – функция Бесселя n -го порядка от амплитуды синусоидальной фазовой модуляции $\varphi_m \approx 4\pi l/\lambda$; ρ – удельное оптическое вращение; d –

толщина кристалла. Коэффициент связи Γ_a характеризует вклад абсорбционной составляющей голограммы в фоторефрактивный отклик, Γ_{il} – вклад линейного электрооптического эффекта в фоторефрактивный отклик, Γ_f – вклад обратного флексоэлектрического эффекта в отклик [2].

Экспериментальные исследования проводились на установке адаптивного голографического интерферометра, описанного в [1]. Отражательные голограммы формировались в кристалле $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ среза (110) световыми пучками, имеющими круговые поляризации разных знаков вращения. Модуляция сигнального пучка по фазе осуществлялась путем его отражения от зеркала, приклеенного к пьезокерамическому цилиндру. Амплитуда колебаний зеркала l задавалась генератором синусоидальных сигналов в диапазоне от 0.6 до 200 нм и определяла амплитуду фазовой модуляции ϕ_m .

Сплошные кривые на данном рисунке соответствуют расчету с использованием соотношений (1) – (3) при следующих значениях коэффициентов, характеризующих рассматриваемое взаимодействие:

$$\begin{aligned} \Gamma_a &= -9,6 \text{ см}^{-1}; \\ \Gamma_{il} &= 9 \text{ см}^{-1}; \\ \Gamma_f &= 7,3 \text{ см}^{-1}. \end{aligned} \quad (4)$$

Сравнение результатов расчета и экспериментальных данных показывает, что они хорошо согласуются друг с другом для рассматриваемой модели встречного взаимодействия стационарного пучка накачки и фазомодулированного сигнального пучка, имеющих циркулярную поляризацию противоположного знака, в кристаллах силленитов среза (110).

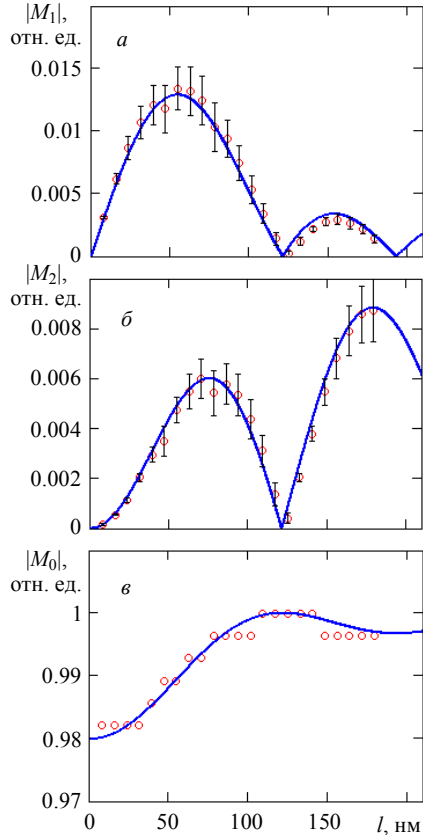


Рис. 1. Зависимости для выходных сигналов фазовой демодуляции на первой (а), второй (б) и нулевой (в) гармониках от амплитуды колебаний зеркала

ЛИТЕРАТУРА

1. *Колегов А.А., Шандаров С.М., Симонова Г.В. и др.* Адаптивная интерферометрия, использующая динамические отражательные голограммы в кубических фоторефрактивных кристаллах // *Квантовая электроника*. – 2011. – Т. 41. – № 9. – С. 847–852.
2. *Шандаров С.М., Шмаков С.С., Буримов Н.И. и др.* Обнаружение вклада обратного флексоэлектрического эффекта в фоторефрактивный отклик в монокристалле титаната висмута // *Письма в ЖЭТФ*. – 2012. – Т. 95. – № 12. – С. 699–702.

Беспалов Николай Сергеевич, студент; kolyan29061998@mail.ru

Леванисов Вадим Андреевич, студент; levanisov.vadim@mail.ru

Кочетова Виктория Вячеславовна, студент; vika.18.04@mail.ru

Шмаков Сергей Сергеевич, к.т.н., доцент кафедры ЭП; s.s.shmakov@mail.ru

Шандаров Станислав Михайлович, д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой ЭП; stanislav.m.shandarov@tusur.ru

Моделирование процессов роста двумерных материалов IV группы

В.П. Винарский

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

В настоящее время ведутся исследования по разработке новых двумерных материалов IV группы в связи с их свойствами, не присущими трёхмерным материалам. Например, при комнатной температуре электропроводность графена выше, чем у меди [1]. Однако для получения новых материалов и улучшения предыдущих методов создания силицена, графена, станена и германена необходимо учесть множество частных проблем в их свойствах.

Целью работы является программа для моделирования процессов создания двумерных материалов. Поскольку наиболее оптимальным методом роста материалов зарекомендовал себя метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ), то теория и создание программы будут основаны на нём.

Проведено изучение графена и силицена, их структуры и некоторых свойств. Так, можно выделить тот факт, что у обоих материалов присутствует гексагональная решётка, что особенно хорошо видно на рис. 1 для графена. Однако силицен (рис. 2) имеет искривление в решётке по параметру высоты, изменяющейся в зависимости от подложки, на которой он был выращен [2]. Также отмечено, что благодаря наличию запрещённой зоны силицен имеет полупроводниковые свойства, а графен в чистом виде – нет.

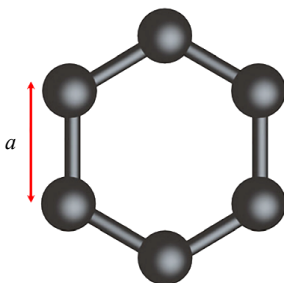


Рис. 1. Гексагональная решётка графена [1]

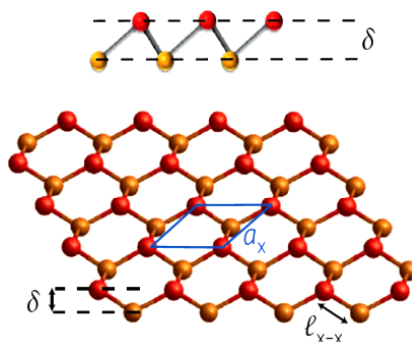


Рис. 2. Структура силицена [2]

В довершение можно сказать, что обоим материалам ищется применение: компания Samsung ищет применение графена в гибком экране, а Деджи Акенвард из Техасского университета в Остине создал силициновый транзистор, требующий дальнейших доработок.

Как было оговорено ранее, оптимальным методом роста двумерных материалов IV группы является метод МЛЭ, поэтому в работе ему уделяется особое внимание, а также его устройству, принципу работы и анализу роста материалов в камере.

Теория представлена для случаев эпитаксиального роста плёнок толщиной менее 100 Å. Представлены случаи конденсации материала на подложку и диффундирования адатомов по поверхности материала. Описаны три механизма роста слоя и общая для всех них формула: послойный рост (он же рост Франка – ван дер Мерве), островковый (он же Вольмера – Вебера) и рост слоя с островками (Странски – Крастанова).

ЛИТЕРАТУРА

1. *Li X., Tao L., Chen Z., Fang H., Li X., Wang X., Xu J.-B., Zhu H.* Graphene and related two-dimensional materials: Structure-property relationships for electronics and optoelectronics // *Applied Physics Reviews*. – 2017. – V. 4. – P. 021306 (1-31).
2. *Molle A., Goldberger J., Houssa M., Xu Y., Zhang S.-C., Akinwande D.* Buckled two-dimensional Xene sheets // *Nature Materials*. – 2017. – V. 16. – P. 163–169.
3. *Дубровский В.Г.* Теоретические основы технологии полупроводниковых наноструктур. – СПб., 2006. – 350 с.

Винарский Владимир Петрович, студент; vinarskiy2017@gmail.com

Получение наночастиц кристаллического диоксида титана методом прямого плазмодинамического синтеза

Ю.Н. Вымпина

*Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, г. Томск, Россия*

Известно, что диоксид титана TiO_2 может быть активирован лишь в области ультрафиолетового излучения ввиду большой величины запрещённой зоны [1]. При этом УФ-излучение составляет около 5 % всего солнечного спектра, в то время как видимый свет – 45 % [2, 3]. В связи с этим ограничено применение TiO_2 в качестве фотокатализатора.

В настоящее время ведутся активные разработки различных методов получения данного химического соединения с целью решения вышеописанной проблемы, например синтез частиц в высокодисперсном дефектном состоянии. Такими достоинствами обладает метод прямого плазмодинамического синтеза, описанный в работе [4]. Процесс синтеза материала указанным способом проходит в крайне неравновесных условиях, что способствует кристаллизации частиц в дисперсном состоянии с дефектной структурой.

Конструкция основного элемента системы метода прямого плазмодинамического синтеза, принцип действия, а также конкретные условия проведения синтеза TiO_2 данным методом указаны в работе [5]. Первичные исследования синтезированного материала порошка проводились методами рентгеновской дифрактометрии с последующим количественным анализом и просвечивающей электронной микроскопии.

Посредством рентгеновской дифрактометрии идентифицированы две модификации диоксида титана TiO_2 : анатаз $a\text{TiO}_2$ (пространственная группа 141/amd, № 21-1272) с тетрагональной сингонией ($a = b = 3.7852 \text{ \AA}$; $c = 9.5139 \text{ \AA}$) и рутил $r\text{TiO}_2$ (пространственная группа P42/mnm, № 21-1276) с тетрагональной сингонией ($a = b = 4.5933 \text{ \AA}$; $c = 2.9592 \text{ \AA}$). Также выявлено, что размер областей когерентного рассеивания (ОКР) образовавшихся фаз составляет менее 100 нм, что свидетельствует о нанодисперсности синтезированного продукта. Процентное содержание анатаза и рутила составляет 59 и 41 % соответственно.

Исследования посредством просвечивающей электронной микроскопии показали, что в материале порошка содержатся частицы различных форм: гранёные и сферические частицы, частицы с зёрненным строением и бесформенные. Выявлено, что последний тип частиц имеет кристаллическую структуру рутила; размеры могут достигать 300 нм. Остальные же указан-

ные типы частиц чаще всего относятся к другой кристаллической модификации TiO_2 – анатазу. Их размеры весьма разнообразны: имеются частицы в 10 нм, в то же время возможно увидеть и частицы с размером 250–300 нм. Стоит отметить, что одни и те же зёрна частиц могут светиться (на темнопольных ТЕМ-изображениях) в разных отражениях кристаллических плоскостей фазы анатаза. В целом частицы с кристаллической фазой анатаза встречаются чаще, по сравнению с рутилом, что также соответствует результатам XRD-анализа, показавшим преобладание первой фазы.

В работе рассмотрена возможность получения дисперсного кристаллического диоксида титана методом прямого плазмодинамического синтеза. Обнаружены две основные кристаллические модификации TiO_2 : анатаз с тетрагональной сингонией и рутил также с тетрагональной сингонией. Исследования методами рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии показали преобладание фазы анатаза в материале порошка. Частицы имеют разнообразную форму, при этом можно выделить то, что их размеры могут варьироваться от 10 до 300 нм.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Prekajski M., Zarubica A., Babić B., Jokić B., Pantić J., Luković J., Matović B.* Synthesis and characterization of Cr^{3+} doped TiO_2 nanometric powders // *Ceram. Int.* – 2016. – V. 42. No. 1. – P. 1862–1869.
2. *Lee H., Park Y., Kim S., Kim B., Jung S.* Fe-decorated TiO_2 powder photocatalysts with enhanced visible-light-driven degradation activities // *Surf. Coat. Technol.* – 2016. – V. 307. – P. 1018–1023.
3. *Ganesh I.* Surface, structural, energy band-gap, and photocatalytic features of an emulsion-derived B-doped TiO_2 nano-powder // *Mol. Catal.* – 2018. – V. 451. – P. 51–65.
4. *Sivkov A., Naiden E., Ivashutenko A., Shanenkov I.* Plasma dynamic synthesis and obtaining ultrafine powders of iron oxides with high content of $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2016. – V. 405. – P. 158–168.
5. *Вымпина Ю.Н.* Прямой плазмодинамический синтез ультрадисперсного диоксида титана // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых в 7 томах. – Томск: ТПУ, 2019. – Т. 2. – С. 66–68.

Вымпина Юлия Николаевна, аспирантка; xyulyashax@mail.ru

Электромагнитные свойства композиционных материалов на основе наноразмерных порошков гексаферритов и углеродных нанотрубок

Ю.Н. Гладков, Д.И. Сергеенко, Е.Ю. Коровин

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Научной основой создания материалов с заданными электромагнитными характеристиками является функциональная связь электродинамических характеристик с химическим составом, кристаллографической структурой и технологией изготовления. В связи со сложностью получения общего решения эта фундаментальная задача требует новых подходов при создании современных композиционных материалов.

Необходимость разработки таких материалов возникает, в частности, при освоении терагерцового диапазона для разработки мобильной аппаратуры со сниженными весогабаритными характеристиками [1]. Успехи нанотехнологии, достигнутые в последнее время, доказали эффективность применения углеродных наноструктур в различных практических применениях. Важно отметить, что во многих случаях улучшение качественных показателей достигается относительно небольшими добавками углеродных наноструктур в разработанные ранее смеси [2]. Применение ферритов вместо искусственных магнито-диэлектриков на основе металлических порошков позволило существенно снизить толщины поглощающих слоев и их вес.

В настоящее время отмечается достижение предела в использовании чистых ферритовых материалов, поэтому представляет интерес разработать композиционный материал на основе ферритов с добавками углеродных наноструктур, которые могли бы эффективно работать как в свободном пространстве, так и на металлической поверхности.

Для достижения поставленной цели были синтезированы исходные компоненты и по технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза получены порошки гексаферритов W-типа.

Этот метод является менее энергозатратным и позволяет получать гексаферриты, частицы которых имеют узкие распределения по размерам и форме. Сверхвысокочастотным плазменным методом получены углеродные наноструктуры, дополнительно подвергнутые ультразвуковой обработке. При расчете электромагнитных параметров материалов использовались соотношения, полученные в [3] при учете, что безграничный плоский слой находится на металле и плоская волна падает из свободного простран-

ства. Для выбора оптимальных концентрационных соотношений использовалась формула Максвелла – Гарнетта. Измерения магнитной и диэлектрической проницаемости проведены в ЦКП «Центр радиоизмерений ТГУ» с использованием векторного анализатора цепей резонаторным и волноводным методами.

Были измерены значения комплексной магнитной проницаемости порошка гексаферрита системы $\text{Co}_{2-x}\text{Zn}_x\text{W}$ с концентрацией введенных ионов цинка $x = 1.3$.

Было установлено, что в районе 7–8 ГГц наблюдается область аномальной дисперсии действительной части магнитной проницаемости, характерная для естественного ферромагнитного резонанса.

Очевидно, что построение конструкций из данного материала, обладающих наименьшими массогабаритными характеристиками, наиболее эффективно в этой области частот, так как именно здесь наблюдается максимальное значение тангенса угла потерь.

Поведение спектра диэлектрической проницаемости не имеет особенностей. Основными механизмами, формирующими электрические свойства ферритов, являются электронная и ионная поляризации, критические частоты которых лежат в области электронных переходов и оптических ветвей фононного спектра.

Поэтому в СВЧ-диапазоне отмечается слабая частотная зависимость диэлектрической проницаемости. Малое значение мнимой составляющей говорит об однородности материала и отсутствии значительных дефектов в структуре.

На рис. 1 представлены результаты измерения частотных зависимостей комплексной магнитной и диэлектрической проницаемости композиционного материала на основе гексаферрита и углеродных наноструктур (УНС) в полимерной матрице. Значения действительных и мнимых частей магнитной проницаемости ниже, чем у исходного компонента. Это вызвано меньшей величиной наполнения композиционного материала.

Следует отметить, что форма резонансной кривой не симметрична, т.е. не соответствует лоренцевой форме.

Это говорит о комбинации двух или более резонансных линий. Вполне возможно, что это вызвано присутствием металла катализатора, который попадает в композит вместе с УНС, имеющего другую частоту естественного ферромагнитного резонанса. Возможно, также проявляется резонанс доменных границ в частицах большого (порядка микрон) размера.

Как и следовало ожидать, величины действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости существенно выше, чем у материала на основе «чистого» гексаферрита, и определяются диэлектрической проницаемостью введенных УНС.

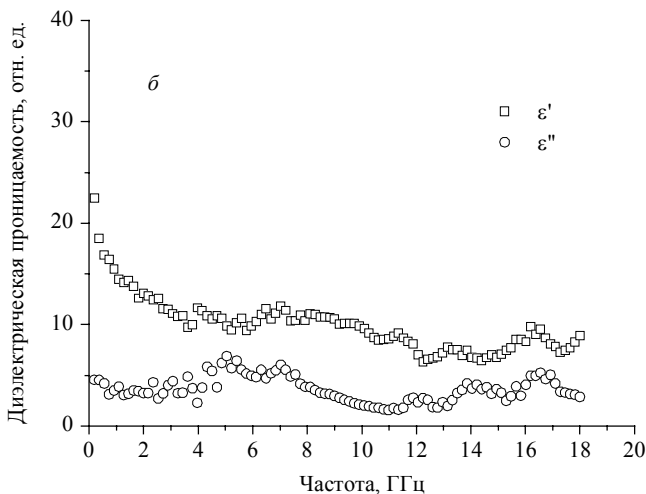
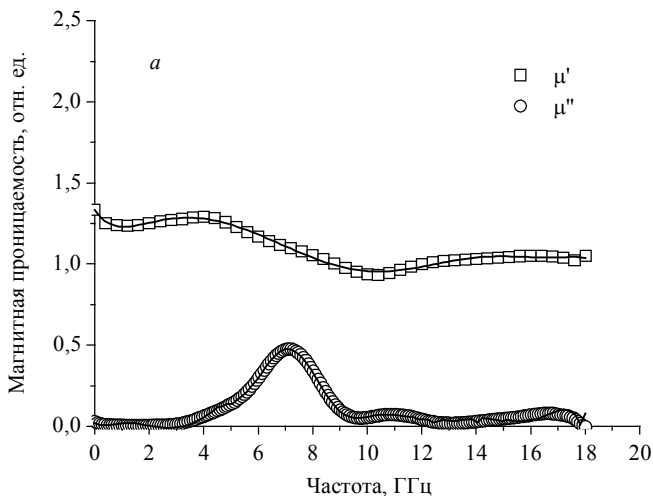


Рис. 1. Спектры магнитной и диэлектрической проницаемости композиционного материала на основе гексаферрита и УНС в полимерной матрице

Таким образом, из вышесказанного можно заключить, что синтезированный материал может эффективно использоваться для снижения интенсивности электромагнитного излучения, обладая при этом относительно низкими коэффициентами отражения и прохождения.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Sushyaev V.I., Zhuravlev V.A., Dotsenko O.A.* Electromagnetic properties of composites based on multiwall carbon nanotubes studied by THz-TDS and CW BWO-based spectrometer at different levels of peak THz power // 23rd International Crimean Conference Microwave and Telecommunication Technology. CriMiCo 2013: Conference Proceedings, Sevastopol, Crimea, 2013. – P. 980–981.
2. *Mazov I.N., Kuznetsov V.L., Moseenkov S.I.* Structural and Physical Properties of MWNT/Polyolefine Composites // Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures. – 2010. – V. 18. – P. 505–515.
3. *Brekhovskikh L.M.* Waves in layered media. – М.: Academy of Sciences, 1957. – 501p.

Гладков Юрий Николаевич, студент; gladkov_yurik@mail.ru

Сергеенко Даниил Игоревич, студент; sergeenko@mail.tsu.ru

Коровин Евгений Юрьевич, к.ф.-м.н., доцент; korovin@mail.tsu.ru

Дифракция света на регулярной доменной структуре с наклонными доменными стенками в кристалле ниобата лития в приложенном ступенчатом внешнем электрическом поле

А.В. Дубиков, Е.Н. Савченков, А.Е. Шараева

Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, г. Томск, Россия

В работе приводятся результаты исследования эффективности дифракции Брэгга на регулярной доменной структуре (РДС) с наклонными доменными стенками в кристалле $5\%MgO:LiNbO_3$ с приложением к РДС внешнего ступенчатого электрического поля.

Схема эксперимента представлена на рис. 1. Зондирующий гауссов пучок гелий-неонового лазера с длиной волны $\lambda = 632.8$ нм, радиусом $r_0 = 0.47$ мм фокусируется на середину входной грани кристалла с РДС сферической линзой с фокусным расстоянием $F = 350$ мм. Кристалл размещался на поворотном столике, позволяющем задавать углы Брэгга в плоскости XU для наблюдения дифракции зондирующего пучка с необыкновенной поляризацией. РДС содержит два периодических набора доменных стенок с зеркально симметричными углами наклона к полярной оси Z одноосного сегнетоэлектрического кристалла, имеющих наклон $\pm 0.31^\circ$ [1] к оси Z .

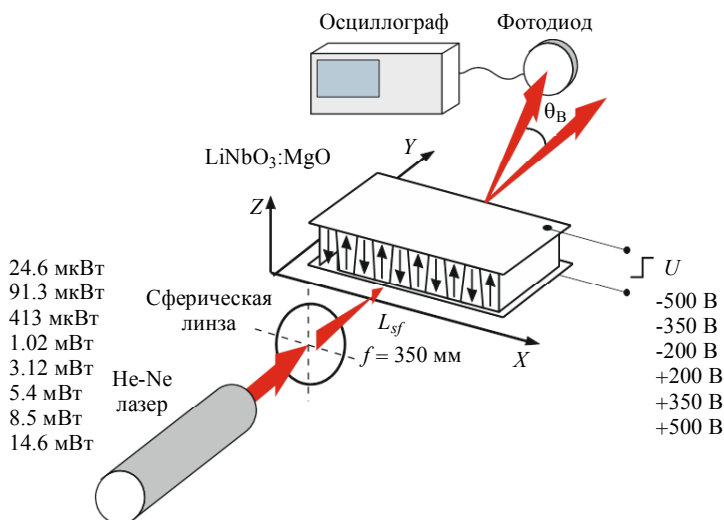


Рис. 1. Схема эксперимента

Точное положение входного лазерного пучка по оси Z на входной грани кристалла определялось визуально по симметрии изображения в первом дифракционном максимуме. На грани кристалла Z подавались напряжения различной амплитуды (± 200 , ± 350 и ± 500 В). С помощью фотодиода измерялась интенсивность света в первом дифракционном максимуме, результаты регистрировались цифровым осциллографом TBS 1152.

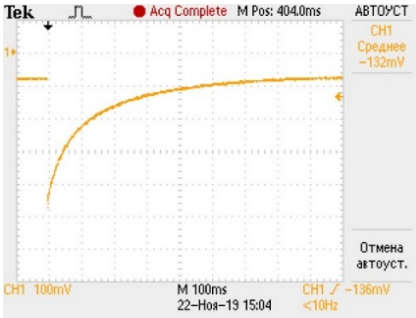


Рис. 2. Типичная осциллограмма, отображающая считываемый осциллографом ток с фотодиода

На рис. 2 показана типичная осциллограмма с фотодиода. По ней можно определить величину дифракции на доменных стенках, обусловленной эффектом Керра, а также дифракцию, обусловленную линейным электрооптическим эффектом. Из осциллограмм, используя аппроксимацию временной зависимости экспоненциальной функцией, определяем постоянную времени компенсации внешнего электрического поля вследствие перераспределения зарядов вдоль проводящих доменных стенок (рис. 3).

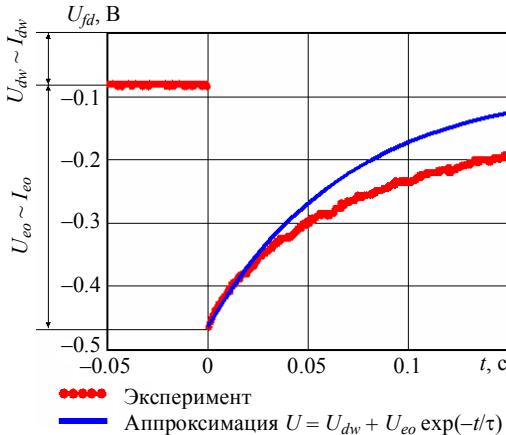


Рис. 3. Аппроксимация экспериментальных кривых экспонентой с момента времени включения напряжения

При этом интересен начальный момент времени включения внешнего напряжения: из постоянной времени τ , используя значение статической диэлектрической проницаемости ниобата лития ϵ_{st} , можно вычислить искомое значение эффективной проводимости кристалла σ_{eff} .

В ходе эксперимента была проведена проверка линейности зависимости эффективности дифракции от доменных стенок, определяемой эффектом Керра, от интенсивности зондирующего светового пучка (рис. 4). По скачку дифракции в начальный момент времени при включении внешнего напряжения проверялась линейность дифракции на объемах доменов, определяемая эффектом Погкельса, в зависимости от интенсивности зондирующего пучка для различных значений и знака внешнего управляющего напряжения (рис. 5).

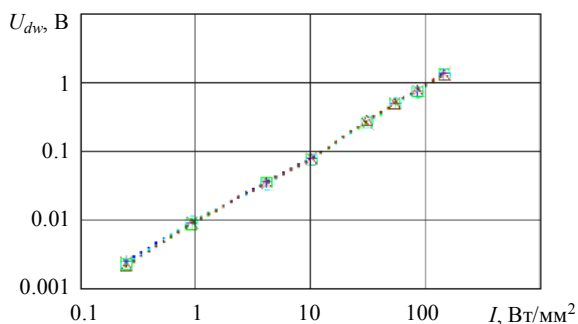


Рис. 4. Дифракция на доменных стенках РДС, обусловленная эффектом Керра, в зависимости от интенсивности светового пучка

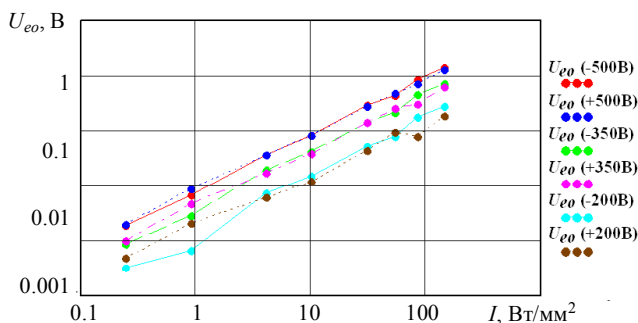


Рис. 5. Дифракция на РДС, обусловленная линейным электрооптическим эффектом, в зависимости от мощности светового пучка для различных значений U

Также проверялась линейность дифракции на РДС, обусловленной линейным электрооптическим эффектом, от величины внешнего управляющего напряжения U для различных интенсивностей зондирующего пучка (например, для мощности зондирующего пучка 24.6 мкВт на рис. 6).

Основной интерес при проведении исследований представляла собой зависимость эффективной проводимости кристалла σ_{eff} от интенсивности зондирующего светового пучка. Проводимость определялась из соотношения $\tau = \sigma_{\text{eff}}/\epsilon_{\text{st}}$. (представлена на рис. 7).

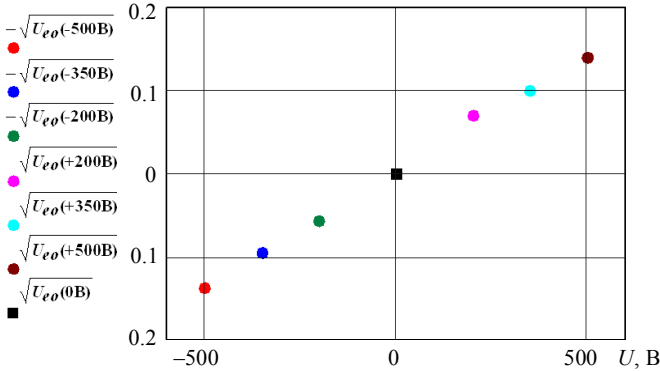


Рис. 6. Пример линейности дифракции на РДС, обусловленной линейным электрооптическим эффектом, в зависимости от напряжения U для мощности светового пучка 24.6 мкВт

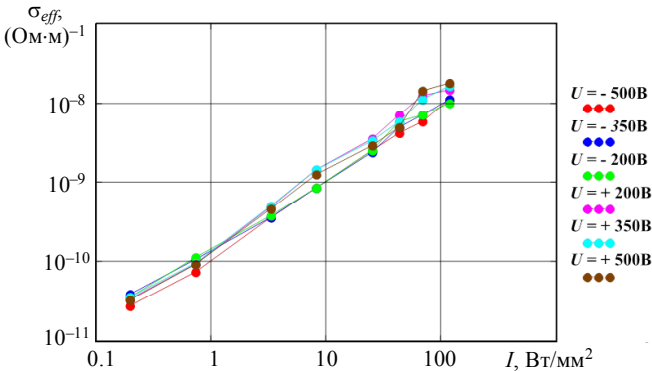


Рис. 7. Эффективная проводимость σ_{eff} кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{MgO}$ с регулярными доменными структурами с наклонными доменными стенками в зависимости от интенсивности зондирующего светового пучка

Заключение

В ниобате лития с периодическими доменными структурами с проводящими наклонными доменными стенками экспериментально обнаружена зависимость эффективной проводимости кристалла от интенсивности зондирующего светового пучка на длине волны 628.3 нм. Явление обусловлено фактом наличия высокой проводимости наклонных доменных стенок, при этом диапазон изменения проводимости оказался сопоставим с диапазоном изменения интенсивности зондирующего пучка. Для объемного кристалла без РДС с заряженными доменными стенками при данной длине волны такого явления не наблюдается.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Savchenkov E.N., Shandarov S.M., Smirnov S.V., Esin A.A., Akhmatkhanov A.R., Shur V.Ya.* // JETP Letters. – 2019. – V. 110. – No. 3. – P. 178.

Дубиков Арсений Викторович, бакалавр; bigtriks@gmail.com

Савченков Евгений Николаевич, старший преподаватель; evgenii.n.savchenkov@tusur.ru

Шараева Анастасия Евгеньевна, бакалавр; sharaevaee@mail.ru

Дифференциальные характеристики спектров оптического пропускания кристалла силиката висмута*

Т.А. Журин, Е.С. Сим

*Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники, г. Томск, Россия*

Авторами [1] рассмотрена модель примесного поглощения в силленитах при вкладе в него не только процессов фотовозбуждения электронов в зону проводимости с глубоких доноров, но и внутрицентровых переходов. Один из возможных подходов к определению характеристик дефектов в кристаллах класса силленитов, связанных с такими внутрицентровыми переходами, основан на изучении спектральных зависимостей первой и второй производной оптического пропускания образцов [2].

Целью настоящей работы является численное моделирование дифференциальных характеристик спектра пропускания образца $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ с толщиной $d = 8$ мм, с использованием его материальных параметров и теоретической модели поглощения из [1].

Численный анализ пропускания проводился для образца $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ с толщиной $d = 8$ мм с учетом вклада в него процессов фотовозбуждения электронов в зону проводимости с глубоких донорных центров с нормальным законом распределения их концентраций по энергии ионизации, наряду с внутрицентровыми переходами для соответствующих дефектных центров. При расчетах коэффициента пропускания кристалла через его показатель поглощения $k(\lambda)$ использовалось известное соотношение [3]

$$T(\lambda) = \frac{[1 - R(\lambda)]^2 \exp[-k(\lambda)d]}{1 - R^2(\lambda) \exp[-2k(\lambda)d]}, \quad (1)$$

где $R(\lambda)$ – коэффициент френелевского отражения от входной и выходной граней кристалла по интенсивности.

Результаты расчета спектральных зависимостей показаны на рис. 1, а для оптического пропускания образца $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ (кривая 1) и для его первой (2) и второй (3) производных. Используемые при моделировании спектральные зависимости пяти гауссовых компонент, дающих аддитивный вклад внутрицентровых переходов в примесное поглощение, иллюстрируются кривыми 1–5 на рис. 1, б.

* Работа выполнена в рамках Госзадания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации на 2020–2022 годы (задание FEWM-2020-0038/3).

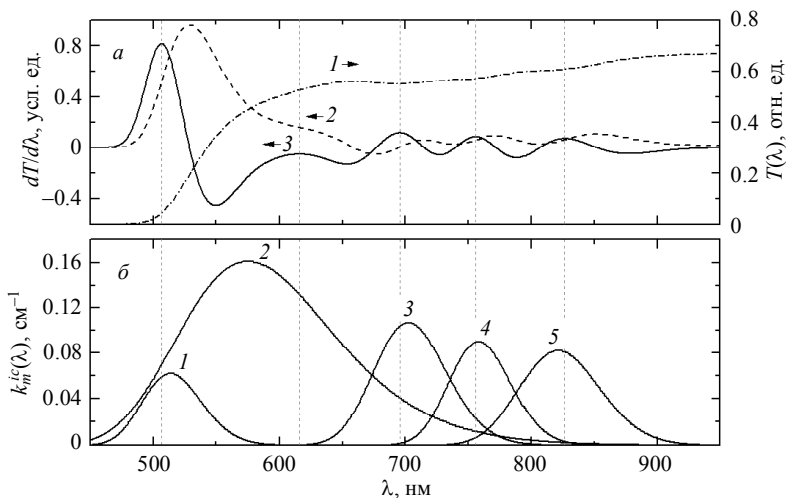


Рис. 1. Спектральные зависимости коэффициента пропускания $T(\lambda)$ и его производных для образца $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ (а) и пяти гауссовых компонент $k_m^{ic}(\lambda)$ (б)

Максимумы для второй производной спектра пропускания образца, через которые проведены вертикальные линии на рис. 1, являются близкими по спектральному положению к максимумам четырех из пяти рассматриваемых гауссовых компонент, дающих аддитивный вклад в примесное поглощение. Здесь следует отметить заметный сдвиг максимума на длине волны $\lambda = 617$ нм (см. рис. 1, а) относительно близкой к нему гауссовой компоненты 2 на рис. 1, б. Его значительная величина (около $\lambda = 40.5$ нм) связана с большим вкладом в $k(\lambda)$ в данной области спектра для процессов фотовозбуждения электронов в зону проводимости с глубоких донорных центров. Дополнительным фактором для такого сдвига является составляющая $\Delta\lambda = 85.3$ нм полуширина гауссовой компоненты 2 (рис. 1, б), более чем в два раза превышающая соответствующие величины для остальных гауссовых компонент.

Таким образом, рассмотренный подход, основанный на изучении дифференциальных характеристик спектров оптического пропускания, может быть использован для выявления дефектных центров в кристаллах $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$, характеризующихся наличием внутрицентровых переходов. Такие переходы предположительно происходят между уровнями структурных дефектов, связанных с ионами висмута [1], к которым, как к возможным центрам люминесценции в стеклах и монокристаллах, проявляется значительный интерес [4].

Авторы благодарят Ю.Ф. Каргина и С.М. Шандарова за предоставление образца $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ и полезные консультации.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Кистенева М.Г., Худякова Е.С., Шандаров С.М. и др.* // Квантовая электроника. – 2015. – Т. 45. – № 7. – С. 685–690.
2. *Petkova P., Kostova B., Marinova V., Tacheva J.* // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2010. – V. 15. – Art. 012070.
3. *Уханов Ю.И.* Оптические свойства полупроводников. – М.: Наука, 1977. – 368 с.
4. *Дианов Е.М.* // Квантовая электроника. – 2010. – Т. 40. – № 4. – С. 283–285.

Журин Тимофей Алексеевич, аспирант; timoxazh1@gmail.com

Сим Елена Сергеевна, аспирантка; lenoliya@rambler.ru

Свойства фазового перехода в тонких пленках диоксида ванадия, синтезированных на разных слоях диоксида кремния*

**К.Е. Капогузов¹, С.В. Мутилин¹,
Л.В. Яковкина², В.Я. Принц¹**

*¹ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия*

*² Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, Россия*

В последние годы диоксид ванадия (VO_2) привлекает все большее внимание как перспективный материал для сверхбыстрых переключателей и нейроморфных систем. VO_2 является интеллектуальным материалом, в котором под влиянием различного рода внешних воздействий (температура, свет, электромагнитное поле и т.д.) имеет место резкий обратимый фазовый переход. Такой переход происходит из моноклинной (M) полупроводниковой в тетрагональную (R) металлическую фазу и сопровождается резким изменением основных физических характеристик: постоянной решетки, электрической проводимости, показателя преломления и т.д. [1]. Благодаря таким уникальным свойствам, VO_2 является перспективным материалом как для множества новых функциональных приборов (сенсоры, мемристоры, нейроморфные устройства и т.д.), так и для фундаментальных исследований [2]. Для успешных массовых практических применений VO_2 особо важна его интеграция в стандартную кремниевую технологию. Это подразумевает, в том числе, синтез VO_2 высокого качества на кремниевых подложках и изолирующих слоях оксида кремния. При синтезе пленок VO_2 на диэлектрических слоях (SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 и т.д.), влияние на параметры фазового перехода в VO_2 оказывает граница раздела подложка – пленка VO_2 . До сих пор в литературе мало внимания уделено этому влиянию.

В данной работе исследуется зависимость параметров фазового перехода в поликристаллических пленках VO_2 от качества и материала подложки SiO_2/Si . Были использованы два типа слоев SiO_2 , полученных сухим и влажным термическим окислением. Методом химического осаждения из газовой фазы на всех подложках были синтезированы поликристаллические пленки VO_2 [3]. Для характеристики полученных пленок использовался сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) и X-Ray-дифрактометр в 2 θ -режиме. Стандартным двухконтактным методом была получена зависи-

* Работа выполнена за счет гранта РНФ (проект № 18-19-00694).

мость сопротивления R пленок VO_2 от температуры T . Также для выяснения влияния границы раздела подложка – пленка VO_2 исследовался эффект поля: модуляции тока сток – исток в пленке VO_2 на разных типах SiO_2 при изменении затворного напряжения.

На основании измерений СЭМ, X-Ray и $R(T)$ было показано, что все синтезированные пленки VO_2 имеют высокое качество, т.е. испытывают скачок сопротивлений до и после фазового перехода по величине больше, чем $5 \cdot 10^3$. Полученные значения скачка сопротивлений являются одними из лучших для поликристаллических пленок на подложке SiO_2/Si среди описанных в литературе, и сравнимы с бездефектными эпитаксиальными пленками и нанокристаллами [4]. При этом было показано, что параметры фазового перехода в пленках VO_2 существенно зависят от способа получения слоя SiO_2 . Систематически скачок сопротивления при температурном фазовом переходе в VO_2 на сухом SiO_2 выше, чем на влажном SiO_2 . Стоит отметить, что условия синтеза, при которых имеет место максимальное значение скачка сопротивления в пленке VO_2 совпадают для двух типов слоев SiO_2 .

На основании результатов измерений эффекта поля в структурах $\text{VO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$ показано, что граница раздела $\text{SiO}_2 - \text{VO}_2$ оказывает значительное влияние на свойства VO_2 . Затворное напряжение модулирует ток стока в пленках VO_2 , синтезированных на сухом SiO_2 почти на порядок лучше, чем в пленках на влажном SiO_2 . Данный результат объясняется, в том числе, разным размером межзеренных границ кристаллитов VO_2 на сухом и влажном SiO_2 , а также различной подвижностью носителей заряда в тонком слое VO_2 на границе с SiO_2 . Для VO_2 на сухом SiO_2 данная подвижность на порядок превышает аналогичную в VO_2 на влажном SiO_2 (0.56 и 0.06 $\text{cm}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ соответственно). Полученные результаты показывают влияние качества и метода получения изолирующего слоя, а также важность учета влияния границы раздела подложка – пленка VO_2 на параметры фазового перехода в VO_2 . Данная работа перспективна для дальнейшего изучения VO_2 , синтезированного на различных подложках, а также для разработки на его основе электрических и оптических приборов нового типа.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Morin F.J.* Oxides which show a metal-to-insulator transition at the neel temperature // *Phys. Rev. Lett.* – 1959.
2. *Shao Z. et al.* Recent progress in the phase-transition mechanism and modulation of vanadium dioxide materials // *NPG Asia Materials.* – 2018.
3. *Yakovkina L.V. et al.* MOCVD growth and characterization of vanadium dioxide films // *J. Mater. Sci.* – 2017.
4. *Prinz V.Y. et al.* A new approach to the fabrication of VO_2 nanoswitches with ultra-low energy consumption // *Nanoscale.* – 2020.

Капогузов Кирилл Евгеньевич, студент-бакалавр Новосибирского государственного университета; karoguzovkirill@gmail.com

Мутилин Сергей Владимирович, мл. науч. сотр. лаборатории физики и технологии трёхмерных наноструктур ИФП СО РАН; mutilin@isp.nsc.ru

Яковкина Любовь Владимировна, к.х.н., ст. науч. сотр. лаборатории 417 ИНХ СО РАН; yakovk@niic.nsc.ru

Принц Виктор Яковлевич, д.ф.-м.н., зав. лабораторией физики и технологии трёхмерных наноструктур ИФП СО РАН; prinz@isp.nsc.ru

Характеристики сенсоров на основе тонких пленок SnO₂ с добавками Ag, Y в объеме

С.В. Ким, Н.К. Максимова

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

При разработке газоанализаторов различного назначения большой интерес проявляется к дешевому портативному газоаналитическому оборудованию, предназначенному для детектирования взрывоопасных газов. Развитие водородной энергетики и ряда других прикладных направлений (контроль концентрации H₂ в помещениях АЭС, контроль утечек H₂ в аккумуляторных батареях подводных лодок и вагонов поездов, при транспортной перевозке баллонов, в химической промышленности и т.д.) требует разработки быстродействующих, высокочувствительных, селективных сенсоров водорода с малым потреблением энергии, способных детектировать широкий диапазон концентраций водорода в диапазоне 0 – 40000 ppm.

Выполнен ряд исследований электрофизических и газочувствительных характеристик сенсоров на основе тонких пленок SnO₂ с нанесенными мелкодисперсными слоями катализаторов Pt/Pd и введенными добавками в объем Ag, Y.

Для создания сенсоров нанокристаллические тонкие пленки SnO₂ формировали магнетронным напылением на промышленном магнетроне А 500 (Edwards). Распыляемая мишень представляла собой сплав олова и сурьмы, содержание Sb 0.5 ат.%. Введение добавки сурьмы в объем пленок SnO₂ способствует повышению электронной проводимости полупроводника. В качестве подложки использовали пластины сапфира толщиной 150 мкм. Для введения добавок в объем пленок на поверхности мишени размещали кусочки соответствующего металла. Содержание добавок в объеме пленок изменялось отношением площадей распыляемой мишени S_{Sn} и поверхности кусочков металлов S_M ($M = Ag, Y$). На основе специальных исследований было установлено оптимальное отношение S_M/S_{Sn} , которое приводит к наиболее приемлемым параметрам сенсоров, и для исследуемых сенсоров оно составляло $S_{Ag}/S_{Sn} = 3 \cdot 10^{-3}$ и $S_Y/S_{Sn} = 3 \cdot 10^{-3}$. Слои катализаторов на поверхности плёнок формировали тем же методом магнетронного напыления. Готовые образцы подвергали отжигу при $T = 450$ °С на воздухе в течение 24 ч.

Для измерений характеристик четыре сенсора одновременно помещали в кварцевую камеру объемом 1 л. Через камеру для управления уровнем влажности прокачивали два потока воздуха с контролируемыми скоростями

ми: осушенного цеолитом и увлажненного барботером, затем камеру герметизировали. Шприцем-дозатором из баллона с водородом подавали газ, который создавал в камере необходимый состав газовой смеси, газовая смесь в камере непрерывно перемешивалась вентилятором. После завершения измерения камеру прокачивали чистым воздухом с заданным уровнем влажности. В данной работе все исследования были выполнены при относительной влажности $RH = 30\%$. Сопротивление (проводимость) $R_0 (G_0)$ пленок в чистом воздухе, а также при воздействии газа $R_1 (G_1)$ измеряли с помощью специально разработанного стенда. За адсорбционный отклик принимали отношение G_1/G_0 ,

Измерение концентрационной зависимости отклика для четырех сенсоров проводили при температуре $400\text{ }^\circ\text{C}$ в диапазоне концентраций водорода $50\text{--}5000\text{ ppm}$. Результат для образцов с добавкой Ag и Y в объеме показан на рис. 1.

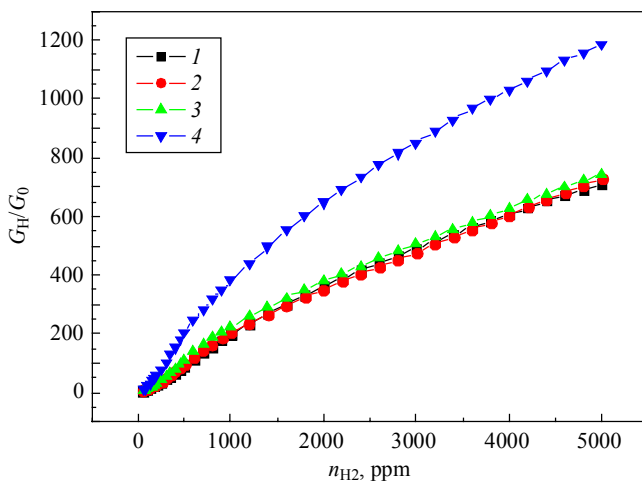


Рис. 1. Концентрационная зависимость отклика на водород четырех сенсоров Pt/Pd/SnO₂:Sb,Ag,Y

По графику можно увидеть, что концентрационная зависимость отклика не выходит на насыщение и с ростом концентрации H_2 растет и отклик. Это означает, что данные сенсоры способны работать в широком диапазоне концентраций водорода. Также для этих образцов в области низких концентраций газа наблюдается сверхлинейный рост отклика на воздействие водорода. Значит для данных сенсоров характерна надбарьерная модель проводимости.

На данном этапе работы было исследовано влияние длительных испытаний сенсоров на их характеристики. Измерения проводились при температуре 400 °С в диапазоне концентраций водорода от 50 до 5000 ppm с периодичностью 4–8 дней. На рис. 2 представлена зависимость характеристик сенсоров водорода на основе тонких пленок SnO₂ с добавками Ag и Y в объеме от длительности испытаний.

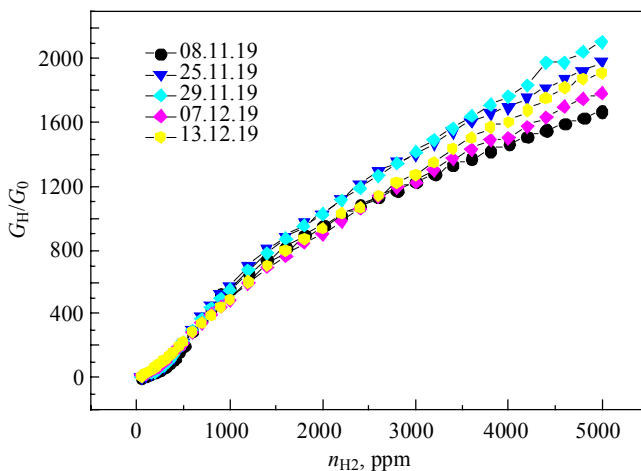


Рис. 2. Зависимость характеристик сенсоров H₂ на основе тонких пленок SnO₂ с добавкой Ag и Y в объеме от длительности испытаний

Из рис. 2 видно, что вначале измерений у образцов с добавками Ag+Y происходит увеличение значений отклика. При дальнейших испытаниях параметры сенсоров стабилизируются. Похожие данные были получены авторами [1].

ЛИТЕРАТУРА

1. *Севастьянов Е.Ю., Максимова Н.К., Алмаев А.В. и др.* Влияние добавок Pt, Pd, Ag, в тонких нанокристаллических пленках SnO₂ на характеристики резистивных сенсоров водорода // Изв. вузов. Физика. – 2018. – Т. 61. – № 5. – С. 155–163.

Ким Станислав Витальевич, студент; thestimas@mail.ru

Максимова Надежда Кузьминична, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр.; nkmax3@yandex.ru

Агрегирование диэлектрических наночастиц на поверхности кристаллов ниобата лития электрическими полями фоторефрактивных голограмм*

А.А. Колмаков, Р.И. Анисимов,
А.С. Темерева, К.М. Мамбетова

*Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники, г. Томск, Россия*

Значительный интерес к использованию оптических пинцетов фотогальванического типа [1–4] для манипуляции микро- и наночастицами связан с действующими на них в этом случае большими силами [1]. Авторами [4] было продемонстрировано агрегирование диэлектрических наночастиц электрическими полями фоторефрактивных голограмм, записываемых лазерными гауссовыми пучками в монокристаллическом образце X -среза $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ с диффузионным легированием фотогальванически активными ионами меди. Теоретическое описание формирования электрических полей $E(x, y, z, t)$ в приповерхностном слое такого кристалла является сложной задачей вследствие их трехмерной структуры. В настоящем сообщении представлены результаты экспериментальных исследований фотогальванического агрегирования наночастиц Al_2O_3 на поверхности кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ фоторефрактивными голограммами, формируемыми эллиптическими гауссовыми пучками, когда при теоретическом анализе возможно использование двумерной модели электрического поля $E(x, z, t)$.

Для формирования фоторефрактивных голограмм использовалась экспериментальная установка, аналогичная описанной в работе [5], в схему которой для создания двух световых пучков с эллиптическим поперечным сечением вводились две цилиндрические линзы. Они обеспечивали расширение записывающих голограмму световых пучков в плоскости XU и не изменяли угол их схождения в плоскости XZ с биссектрисой, совпадающей с кристаллографической осью X исследуемых образцов $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$. Создаваемая в образцах световыми пучками с длиной волны 532 нм и поляризацией вдоль оси U интерференционная картина имела контраст $m \approx 1$, среднюю интенсивность 90 мВт/см^2 и пространственный период $\Lambda = 40 \text{ мкм}$. Время воздействия записывающих пучков на образец варьировалось от 30 до 300 с, после чего он с помощью диэлектрического пинцета извлекался из

* Работа выполнена в рамках Госзадания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации на 2020–2022 годы (задание FEWM-2020-0038/3).

держателя экспериментальной установки и на 10 с опускался в вертикальном положении в колбу с суспензией, содержащей наночастицы Al_2O_3 с суммарной массой от 5 до 10 мг, равномерно распределенные в медицинском вазелиновом масле с объемом 100 мл. Для приготовления суспензии использовался нанопорошок Al_2O_3 с размером частиц 40–60 нм, с тщательным перемешиванием раствора, его выдержкой в течение двух часов и повторным перемешиванием.

После извлечения значительная часть захваченной образцом суспензии стекала с его X -граней под действием силы тяжести в течение ~ 5 с. Далее образец с остающимся на нём слоем суспензии помещался в горизонтальном положении на предметный столик микроскопа МБС-10 с цифровым видеоокулярном UCMOS05100KPA, позволявшим фиксировать распределение наночастиц Al_2O_3 по засвечивавшейся поверхности исследуемых образцов X -среза $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$.

Получено, что при используемых экспериментальных условиях агрегирование наночастиц полями фоторефрактивных голограмм наблюдалось для всех исследованных образцов $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$. Типичные картины распределения частиц по поверхности кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ с диффузионным легированием ионами меди, параметры которого подробно описаны в работах [4, 6], представлены на рис. 1. Следует отметить, что агрегирование наночастиц полями фоторефрактивных голограмм на поверхности данного образца наблюдалось в [4] при распылении порошка воздушной струей.

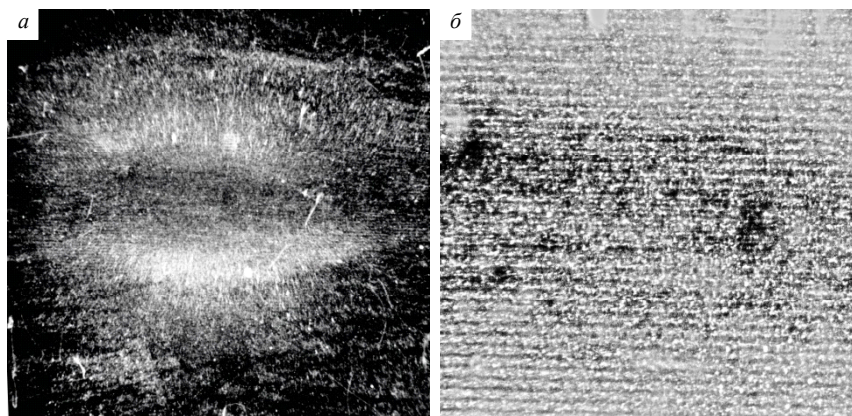


Рис. 1. Микрофотографии распределения наночастиц Al_2O_3 по поверхности X -среза образца $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ с диффузионным легированием для времени засветки 300 с при увеличении $\times 28$ (*а*) и $\times 98$ (*б*). Полярная ось кристалла Z расположена вертикально

Как видно из рисунка, используемый метод нанесения наночастиц из суспензии позволяет проследить распределение действующих на них диэлектрофоретических сил как в масштабе, определяемом размерами эллиптического гауссова пучка (около $1 \times 3 \text{ мкм}^2$, см. рис. 1, *а*), так и соответствующем пространственному периоду голограммы, $\Lambda = 40 \text{ мкм}$ (рис. 1, *б*). Характерной особенностью наблюдаемых картин распределения порошка по поверхности кристалла при использованных в экспериментах эллиптических гауссовых пучках является наличие минимума в центре соответствующей засвечивающей интерференционной картины при времени её воздействия, составляющем 300 с (рис. 1, *а*). Такое поведение качественно согласуется с результатами, описанными в работе [1] для кристаллов $\text{LiNbO}_3:\text{Fe}$, при их засветке обычными гауссовыми лазерными пучками.

Авторы благодарят С.М. Шандарова, Н.И. Буримова, С.В. Смирнова и С.С. Кетова за помощь в проведении экспериментов и полезные консультации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Villarroel J., Burgos H., García-Cabañes Á., et al. Photovoltaic versus optical tweezers // Opt. Express. – 2011. – V. 19. – No. 24. – P. 24320–24330.
2. Esseling M., Zaltron A., Argiolas N., et al. Highly reduced iron-doped lithium niobate for optoelectronic tweezers // Appl. Phys. B. – 2013. – V. 113. – No. 2. – P. 191–197.
3. Matarrubia J., García-Cabañes A., Plaza J.L., et al. Optimization of particle trapping and patterning via photovoltaic tweezers: role of light modulation and particle size // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2014. – V. 47. – Art. No. 265101.
4. Мамбетова К.М., Шандаров С.М., Татьянаников А.И., Смирнов С.В. Агрегирование диэлектрических наночастиц на X-срезе кристалла $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ электрическими полями фоторефрактивных голограмм // Изв. вузов. Физика. – 2019. – Т. 64. – № 4. – С. 89–93.
5. Мамбетова К.М., Смаль Н.Н., Шандаров С.М. и др. Динамика формирования пропускающих голограмм в кристаллах ниобата лития, легированных медью методом высокотемпературной диффузии // Изв. вузов. Радиофизика. – 2015. – Т. 57. – № 8-9. – С. 675–682.
6. Мамбетова К.М., Шандаров С.М., Орликов Л.Н. и др. Формирование динамических фоторефрактивных решеток в кристалле $\text{LiNbO}_3:\text{Cu}$ с поверхностным легированием // Опт. и спектр. – 2019. – Т. 126. – № 6. – С. 856–861.

Колмаков Александр Андреевич, магистрант; kolmakov.sasha1@mail.ru

Анисимов Роман Игоревич, студент; roman.anisimov.00@mail.ru

Темерева Александра Сергеевна, студент; temereva071100@gmail.com

Мамбетова Ксения Мустафиевна, аспирантка; mambetova_ksenia@mail.ru

Цифровая эпитаксия слоев InGaAlAs из твердых растворов InGaAs/InAlAs

Д.А. Колосовский, Д.В. Дмитриев, А.И. Торопов,
И.А. Митрофанов, Д.В. Гуляев, Т.А. Гаврилова,
А.С. Кожухов, К.С. Журавлев

¹ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия

Задачи, связанные с получением высококачественных и бездефектных слоев InGaAlAs, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) на подложке (001) InP, являются достаточно актуальными, ввиду широкого применения этих гетероэпитаксиальных структур (ГЭС) в приборах радиофоники и оптоэлектроники [1–5]. В работах [6–8] авторы проводили МЛЭ рост слоев InGaAlAs, характеризуя выращенные слои спектрами фотолюминесценции (ФЛ), концентрацией и подвижностью носителей зарядов, оставляя без обсуждения структурные характеристики выращенных слоев, таких как морфология поверхности, резкость гетерограниц, наличие прорастающих дислокаций или дефектов. Целью работы является исследование структурных характеристик эпитаксиальных решеточно-согласованных с подложкой (001)InP слоев InGaAlAs, выращенных методом МЛЭ.

Существуют две основные технологии роста четырехкомпонентного твердого раствора InGaAlAs: классическая МЛЭ [6, 7] и цифровая МЛЭ [8]. Для синтеза слоев InGaAlAs в классической МЛЭ на поверхность подложки InP одновременно поступают потоки In, Ga, Al и As. В методе цифровой МЛЭ рост слоев InGaAlAs состоит из поочередного формирования из монослоев $\text{In}_{0,52}\text{Al}_{0,48}\text{As}$ и $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$. Следует отметить, что в этом случае согласование решетки InGaAlAs с решеткой InP достигается автоматически, поскольку каждый составной слой (InGaAs и InAlAs) решеточно согласован с подложкой InP. Поэтому в данной работе использовался метод цифровой МЛЭ.

Для синтеза слоев InGaAlAs использовались полуизолирующие *epi-ready* подложки (001)InP фирмы АХТ. Предэпитаксиальная подготовка подложек InP и последующий рост твердого раствора InGaAlAs проходил в МЛЭ-установке Riber Compact-21Т. Система дифракции быстрых отраженных электронов (ДБОЭ) и система регистрации дифракционных картин kSA 400 обеспечили возможность *in-situ* изучения атомных процессов на

поверхности подложки и в процессе роста эпитаксиальной пленки. Молекулярные потоки, поступающие на подложку, контролировались двумя независимыми методами: по осцилляциям интенсивности зеркального рефлекса на картине ДБОЭ и с помощью ионизационной лампы «Bayard-Alpert JVA» с вакуумметром «Granville-Phillips series 350».

Морфология поверхности выращенных слоев характеризовалась методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Использовался мультимодовый сканирующий зондовый микроскоп Solver Smena-P47H. Структурный анализ слоев проводился методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на высокоразрешающем электронном микроскопе Titan 80–300 с разрешающей возможностью 0.08 нм. Контроль состава выращенных слоев осуществлялся методом ФЛ при комнатной температуре.

Слои InGaAlAs толщиной от 0.2 до 1 мкм синтезировались методом цифровой МЛЭ путем совмещения роста отдельных моноатомных слоев $\text{In}_{0.52}\text{Al}_{0.48}\text{As}$ и $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$, решеточно-согласованных с подложкой (001)InP. Твердый раствор InGaAlAs синтезировался при температурах 480–505 °С, так как оптимальная ростовая температура InGaAs составляет 480 °С [9], а для InAlAs – 500–510 °С [10].

Метод АСМ показал явно выраженные моноатомные ступени на поверхности ГЭС, что характеризует двумерно-слоевой рост. Среднеквадратичная шероховатость поверхности не превышает 1 нм, что соответствует 2–3 монослоям. Установлено, что плотность дефектов на более чем 90 % поверхности структуры не превышает $1 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$. Плотность дефектов уменьшается к центру подложки. На краях плотность дефектов может превышать $1 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$. По-видимому, это связано с градиентом температур на подложке, так как оптимальные условия роста слоёв InGaAs и InAlAs отличаются и имеют достаточно узкий диапазон, а центральная часть подложки находилась в более оптимальных условиях роста. Методом ПЭМ исследовалась центральная часть ГЭС. На ПЭМ-изображениях поперечного скола видны четкие гетерограницы, отсутствие прорастающих дислокаций и дефектов.

Таким образом, в работе экспериментально изучены структурные характеристики слоев InGaAlAs, выращенных методом цифровой МЛЭ путем совмещения роста отдельных моноатомных слоев InAlAs и InGaAs.

ЛИТЕРАТУРА

1. Jelen C. et al. InGaAlAs-InP quantum-well infrared photodetectors for 8-20- μm wavelengths // IEEE Journal of Quantum Electronics. – 1998. – V. 34. – No. 10. – P. 1873–1876.
2. Kuang G.K. et al. Long wavelength InGaAs-InGaAlAs-InP lasers grown in MBE // J. Crystal Growth. – 2001. – V. 227–228. – P. 334–337.

3. *Steinhagen F. et al.* AlGaInAs/InP 1.5 μm MQW DFB laser diodes exceeding 20 GHz bandwidth // *Electronics Letters*. – 1995. – V. 31. – No. 4. – P. 274–275.
4. *Hillmer H. et al.* MBE grown strain-compensated AlGaInAs/AlGaInAs/InP MQW laser structures // *Electronics Letters*. – 1995. – V. 31. – No. 16. – P. 1346–1348.
5. *Gulyaev D.V., et al.* Heterostructure InGaAlAs/InAlAs on the InP substrate for the electro-optical modulator based on the quantum confined Stark effect // *ITM Web of Conferences*. – 2019. – V. 30. – No. 14004. – P. 1–7.
6. *Masu K. et al.* Preparation of $(\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x})_y\text{In}_{1-y}\text{As}$ ($0 < x < 0.5, y = 0.47$) lattice matched to InP substrates by molecular beam epitaxy // *J. Appl. Phys.* – 1982. – V. 53. – No. 11. – P. 7558–7560.
7. *Olego D. et al.* Compositional dependence of band-gap energy and conduction-band effective mass of $\text{In}_{1-x-y}\text{Ga}_x\text{Al}_y\text{As}$ lattice matched to InP // *Appl. Phys. Lett.* – 1982. – V. 41. – No. 5. – P. 476–478.
8. *Fujii T. et al.* MBE Growth of InGaAlAs Lattice-Matched to InP by Pulsed Molecular Beam Method // *Jpn. J. Appl. Phys.* – 1986. – V. 25. – No. 3. – P. 254–256.
9. *Dmitriev D.V. et al.* InAlAs/InGaAs/InP heterostructures for microwave photodiodes grown by molecular beam epitaxy // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2019. – V. 475. – No. 012022. – P. 1–4.
10. *Колосовский Д.А. и др.* Синтез InAlAs/InP гетероструктур для приборов радиофотоники // *ФОТОНИКА 2019: тезисы докладов*. – 2019. – С. 106.

Колосовский Данил Антонович, магистрант 1 года обучения НГУ; danil-ak@yandex.ru

Дмитриев Дмитрий Владимирович, мл. науч. сотр. ИФП СО РАН; ddmitriev@isp.nsc.ru

Торопов Александр Иванович, к.ф.-м.н., вед. науч. сотр. ИФП СО РАН; toropov@isp.nsc.ru

Митрофанов Иван Андреевич, аспирант ИФП СО РАН; ivan_mitrofanov96@mail.ru

Гуляев Дмитрий Владимирович, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. ИФП СО РАН; gulyaev@isp.nsc.ru

Гаврилова Татьяна Александровна, науч. сотр. ИФП СО РАН; gavr@isp.nsc.ru

Кожухов Антон Сергеевич, мл. науч. сотр. ИФП СО РАН; antonkozukhov@yandex.ru

Журавлев Константин Сергеевич, д.ф.-м.н., зав. лабораторией ИФП СО РАН; zhur@isp.nsc.ru

Программная реализация нейронной сети для аппроксимации экспериментальных данных

М.А. Костеников, Н.С. Беспалов,
В.С. Кочетова, С.С. Шмаков

*Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники, г. Томск, Россия*

Исследования фоторефрактивных сред вызвано необходимостью количественного анализа вкладов физических явлений в эффекты самовоздействия световых пучков на динамических голограммах, что позволит развивать физические основы создания устройств динамической голографии.

Одним из более чувствительных и перспективных методов подобных исследований является адаптивная голографическая интерферометрия [1].

Так исследование сигнала фазовой демодуляции адаптивного голографического интерферометра, основанного на встречном взаимодействии световых волн в фоторефрактивном кристалле, позволяет выявлять вклады электрооптического, обратного флексоэлектрического и фотопругого эффектов в отклик и определять их количественные характеристики, что в свою очередь требует построения соответствующих математических моделей [2]. Сигнал фазовой демодуляции можно аппроксимировать рядом по 10 первым гармоникам:

$$U(t) = U_0 + \sum_{n=1}^{10} U_n \sin\left(\frac{2\pi n}{T}t + \varphi_n\right), \quad (1)$$

первая и вторая гармоники которого зависят от вклада обратного флексоэлектрического эффекта, характеризующегося коэффициентом Γ_f , а их относительные амплитуды определяются следующим образом (для кристаллов среза (110)):

$$M_1 = -4J_0(\varphi_m)J_1(\varphi_m) \exp\left(\frac{\Gamma_a}{2}d\right) \sin\left(\frac{\Gamma_f}{2}d\right); \quad (2)$$

$$M_2 = 4J_0(\varphi_m)J_2(\varphi_m) \left[\exp\left(\frac{\Gamma_a}{2}d\right) \sin\left(\frac{\Gamma_f}{2}d\right) - 1 \right]. \quad (3)$$

Запись выходного сигнала адаптивного голографического интерферометра при помощи цифрового осциллографа заключается в сохранении большого числа экспериментальных точек (минимум 2500 значений) на ЭВМ с последующей их аппроксимацией. Большой объем полученной информации неизбежно сопровождается проблемой нехватки ресурсов на их

обработку. Аппроксимация выходного сигнала интерферометра проводилась по методу наименьших квадратов (МНК).

Как известно [3], МНК широко используется в регрессионном анализе как метод построения моделей на основе зашумленных экспериментальных данных. При этом помимо собственно построения модели обычно осуществляется и оценка погрешности, с которой были вычислены её параметры, также решается и ряд других задач. Однако МНК также часто применяется как метод аппроксимации без какой-либо привязки к статистике.

Данная работа посвящена проблеме аппроксимации большого числа полученных экспериментальных точек выходного сигнала адаптивного голографического интерферометра без привлечения оператора и для последующего извлечения из этой информации значений первой и второй гармоники сигнала, позволяющих определить дополнительные вклады в фоторефрактивный отклик [2].

Для решения этой задачи была создана программа нелинейной аппроксимации по МНК с использованием алгоритма Левенберга – Марквардта, так как известно, что данный алгоритм быстрее всего сходится, если все точки лежат близко от кривой (эталонной функции).

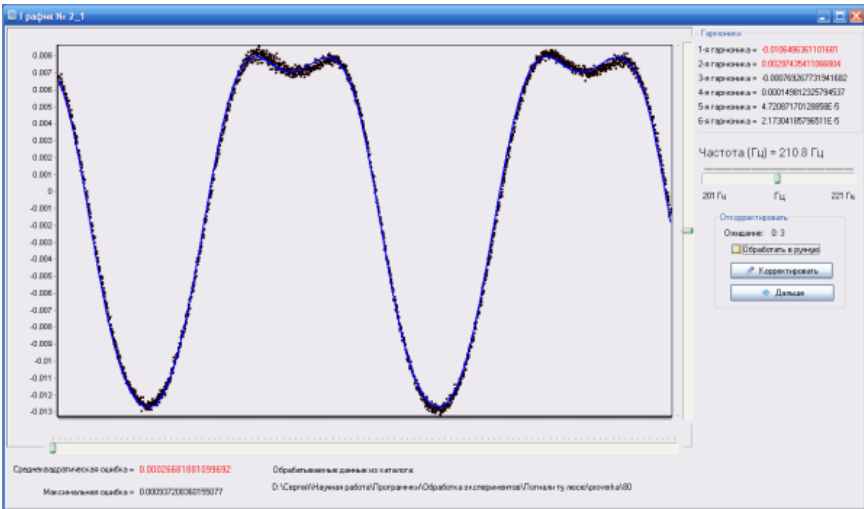


Рис. 1. Окно программы аппроксимации экспериментальных данных

Сама же нелинейная аппроксимация процесс итеративный, скорость сходимости которого зависит от конкретно поставленной задачи, а решение нелинейной задачи можно охарактеризовать многоступенчатостью: создание

объекта оптимизатора (эталонная функция); настраивание оптимизатора путем задания условий останковки; процесс решения и получение результата в виде вектор-матрицы со значениями гармоник ряда (1).

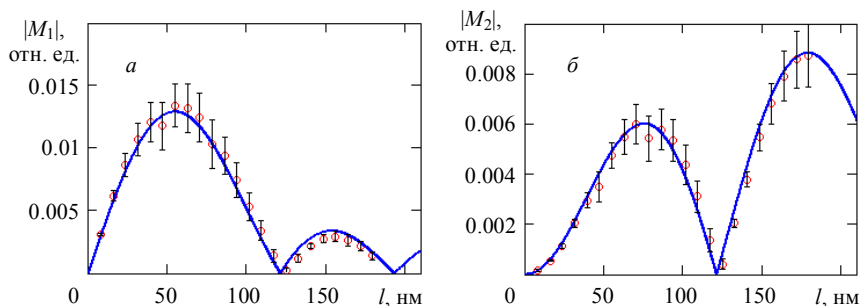


Рис. 2. Зависимости относительных амплитуд первой (а) и второй (б) гармоник от колебаний зеркала [1]

Написанная в процессе выполнения работы программа показала высокую производительность, а хорошо согласующиеся экспериментальные данные (точки) и теоретические зависимости (сплошные кривые) на рис. 2, соответствующие (2) и (3), свидетельствуют о точности выполняемых алгоритмом операций.

ЛИТЕРАТУРА

1. Колегов А.А., Шандаров С.М., Симонова Г.В. и др. Адаптивная интерферометрия, использующая динамические отражательные голограммы в кубических фоторефрактивных кристаллах // Квантовая электроника. – 2011. – Т. 41. – № 9. – С. 847–852.
2. Шандаров С.М., Шамаков С.С., Буримов Н.И. и др. Обнаружение вклада обратного флексоэлектрического эффекта в фоторефрактивный отклик в монокристалле титаната висмута // Письма в ЖЭТФ. – 2012. – Т. 95. – № 12. – С. 699–702.
3. Калиткин Н.Н. Численные методы. – М.: Наука, 1978. – 512 с.

Костеников Михаил Александрович, студент; hack1777@mail.ru

Беспалов Николай Сергеевич, студент; kolyan29061998@mail.ru

Кочетова Виктория Вячеславовна, студентка; vika.18.04@mail.ru

Шамаков Сергей Сергеевич, к.т.н., доцент кафедры ЭП; s.s.shmakov@mail.ru

Анализ перехода сверхструктуры 7×7 в 5×5 по дифракционным картинам при синтезе Ge на Si (111) методом МЛЭ

О.И. Кукенов, В.В. Дирко

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

В современном мире основной задачей нанотехнологии является создание полупроводниковых наноструктур с новыми физическими свойствами. Поскольку среди полупроводников кремний наиболее распространён, особое внимание уделяется структурам на его основе. Внедрение германиевых точек в кремниевую матрицу позволяет улучшить характеристики приборов на основе наногетероструктуры. При этом процессе на определение механизмов роста влияют такие параметры, как температура и скорость осаждения.

Существует много способов получения наногетероструктур. При молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) в условиях сверхвысокого вакуума можно получать бездефектные тонкие эпитаксиальные слои высокой чистоты, которые имеют резкое изменение состава на границе [1]. Высокий уровень вакуума порядка 10^{-10} Торр необходим для исключения химического взаимодействия компонентов осаждаемого вещества с молекулами остаточных газов.

Метод дифракции быстрых электронов (ДБЭ) дает информацию об атомной структуре поверхности и используется в процессе эпитаксиального роста [2]. Электронная пушка ДБЭ посылает поток электронов на подложку под скользящим углом. Электроны при этом, проникая на глубину нескольких атомных слоёв, отражаются от эпитаксиальной структуры и на люминесцентном экране образуют дифракционные картины. По виду картины можно оценить структуру и качество наблюдаемого кристаллического слоя.

В ходе работы проведена серия экспериментов по синтезу Ge на подложку Si (111) на установке МЛЭ «Катунь–100». Контроль процесса синтеза наногетероструктур осуществлялся с помощью метода ДБЭ и кварцевых измерителей толщины совместно для более точного определения скорости роста эпитаксиального слоя. Изменения дифракционных картин регистрировались видеокамерой для дальнейшей обработки информации. На рис. 1 приведена зависимость толщины эпитаксиальной пленки германия в начале перехода сверхструктуры 7×7 в 5×5 от температуры подложки Si (111).

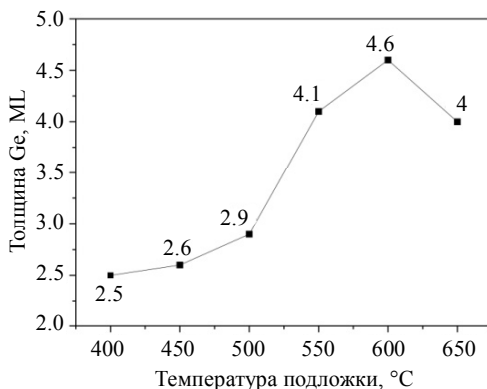


Рис. 1. Зависимость толщины слоя германия при переходе от сверхструктуры 7×7 в 5×5 от температуры подложки

Видно, что при низких температурах (400 °C) переход сверхструктуры начинается происходить при толщине слоя германия около 4.5 Å. С повышением температуры толщина слоя увеличивается и достигает 8.2 Å при температуре 600 °C). Полученные результаты в диапазоне температур 550–650 °C) совпадают с теоретическими расчетами и равняются четырём монослоям [3].

Таким образом, в статье представлены результаты анализа дифракционных картин по исследованию сверхструктурного перехода 7×7 в 5×5 при синтезе Ge на Si (111). Получены зависимости сверхструктурного перехода $7 \times 7 - 5 \times 5$ при разных температурах кремниевой подложки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Izhin I.I., Fitsych O.I., Voitsekhovskii A.V., et al.* Interaction between islands in kinetic models of epitaxial growth of quantum dots // *Applied Nanoscience*. – 2019. – P. 1–7.
2. *Lozovoy K.A., Korotaev A.G., Kokhanenko A.P., et al.* Kinetics of epitaxial formation of nanostructures by Frank–van der Merwe Volmer–Weber and Stranski–Krastanow growth modes // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – V. 384. – P. 125289 (1–5).
3. *Lozovoy K.A., Kokhanenko A.P., Voitsekhovskii A.V.* Comparative analysis of germanium – silicon quantum dots formation on Si (100), Si (111) and Sn / Si (100) surfaces // *Nanotechnology*. – 2018. – V. 29. – P. 054002.

Кукенов Олжас Игоревич, студент; kukenov1999@gmail.com

Дирко Владимир Владиславович, аспирант; Vovenmir@gmail.com

Исследование процессов электроимпульсного плазменного спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия*

Шуацун Кун, В.Д. Пайгин

*Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, г. Томск, Россия*

Керамика на основе оксида алюминия обладает комплексом высоких оптических и физико-механических свойств: высокой твердостью, трещиностойкостью термической, химической и коррозионной стойкостью, что обуславливает применение этого материала в различных областях науки и техники [1–3].

Прозрачную керамику из оксида алюминия получают различными способами, среди которых наиболее перспективным является метод электроимпульсного плазменного спекания (SPS). Продолжительность синтеза этим способом не превышает десятков минут, что приводит к минимизации роста зёрен, размеры которых определяются размерами частиц исходного порошка. Метод SPS обеспечивает равномерное распределение плотности в объеме спекаемого материала и формирование совершенных межзеренных границ, что позволяет получить качественные изделия с комплексом высоких оптических и физико-механических свойств [3–5].

Целью данной работы является исследование процессов SPS-спекания светопропускающей керамики на основе оксида алюминия при разных температурах спекания.

Для изготовления светопропускающей керамики был использован нанопорошок Al_2O_3 (НаноКорунд, Россия). Для перевода в α -фазу порошок отжигался на воздухе при температуре 1300 °С. Консолидацию керамики проводили на установке SPS-515S (SPS SYNTEX INC., Япония). Давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составляло 100 МПа. Процесс исследования проводился в диапазоне температур 1200–1600 °С. Скорость нагрева составляла 10 °С/мин. Давление подпрессовки порошка в графитовой пресс-форме составляло 100 МПа. Продолжительность изотермической выдержки на заданной температуре спекания была 15 мин. Изменение линейных размеров керамического материала в процессе спекания регистрировалось встроенными средствами технологического оборудования.

* Исследование выполнено на базе «Нано-Центра» Национального исследовательского Томского политехнического университета; анализ процессов усадки в ходе SPS-спекания выполнен при частичной поддержке ГЗ “Наука” № 11.7700.2017/БЧ.

На рис. 1 представлена зависимость изменения плотности Al_2O_3 -керамики от температуры в процессе SPS-спекания. Видно, что при температурах 600–1100 °С происходит увеличение линейных размеров спекаемого материала, обусловленное процессами термического расширения. В диапазоне температур от 1100 до 1600 °С протекает процесс спекания, сопровождающийся интенсивной усадкой, уменьшением пористости и линейных размеров консолидируемого материала. По достижении температуры 1600 °С спекание не завершается до конца, о чем свидетельствует усадка материала, продолжающаяся в ходе изотермической выдержки.

В связи с этим актуальным является проведение дополнительных оптимизационных исследований для получения керамики с плотностью, близкой к теоретической (3.99 г/см^3).

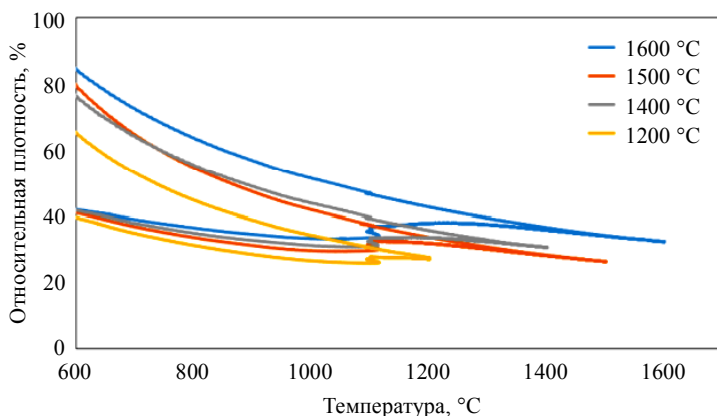


Рис. 1. Изменение относительной плотности Al_2O_3 -керамики в процессе электроимпульсного плазменного спекания при различных температурах

В таблице представлены результаты измерения плотности полученной керамики. Образцы, изготовленные при температурах ниже 1500 °С, по визуальной оценке, не пропускали видимый свет.

Результаты измерения плотности образцов светопропускающей Al_2O_3 -керамики

$T, \text{ }^\circ\text{C}$	$\rho, \text{ г/см}^3$	$\rho, \%$	Отн. усадка, %
1600	3.81	95.52	66.17
1500	3.79	95.06	72.35
1400	3.71	92.98	69.19
1200	3.44	86.21	70.04

Наблюдается линейная зависимость плотности от температуры спекания, что представляется достаточно очевидным. С увеличением температуры спекания от 1200 до 1600 °С плотность керамики увеличивается с 86.21 до 95.52 %.

Таким образом, поиск оптимальных режимов спекания светопропускающей керамики на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ с плотностью, близкой к теоретической, целесообразно проводить в диапазонах температур от 1500 до 1700 °С.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Makoto Nanko, Khanh Quoc Dang*. Pulsed Electric Current Sintering of Transparent Alumina Ceramics, Sintering // Techniques of Materials, Arunachalam Lakshmanan, IntechOpen, DOI: 10.5772/59170.
2. *Munir Z.A., Quach D.V.* Electric current activation of sintering: a review of the pulsed electric current sintering process // J. Am. Ceram. Soc. – 2011. – V. 94. – No. 1. – P. 1–19.
3. *Gao Lian, Gong Bendashu* // J. Inorg. Mater. (in Chinese). – 1997. – No. 12(2). – P.129–133
4. *Гегузин Я.Е.* Физика спекания. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Наука, 1984. – 312 с.
5. *Григорьев Е.Г., Калинин Б.А.* Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков: учеб. пособие. – М.: МИФИ, 2008. – 152 с.

Кун Шуанцун, бакалавр; shuancyun@mail.ru

Пайгин Владимир Денисович, аспирант; vpaugin@mail.ru

Исследование процессов синтеза и кристаллизации CdSiP₂

А.С. Курасова

Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия

В последнее время ведется работа по совершенствованию ростовой технологии получения кристаллов CdSiP₂, при этом качество кристаллов, выращиваемых различными научными группами, существенно различается [1–2]. Целью настоящей работы являлась разработка лабораторной технологии получения кристаллов CdSiP₂. Для достижения указанной цели решалась задача формирования всех возможных моделей синтеза соединения, расчёт констант равновесия химических реакций, отвечающих каждой рассматриваемой модели синтеза, проведение серии технологических экспериментов синтеза поликристаллов CdSiP₂.

Вероятность реализации на практике конкретной модели оценивалась на основе анализа результатов расчета значений изобарно-изотермических потенциалов (ΔG) процессов, определяющих данную гипотетическую модель. Первая модель синтеза [3–7] соответствует случаю, когда образование рассматриваемых тройных кристаллов происходит путем непосредственного сплавления элементарных компонентов, без предварительного образования промежуточных бинарных составляющих. Вторая группа моделей синтеза предполагает предварительное образование двойных соединений типа CdP₂, Cd₃P₂, SiP₂, SiP в процессе синтеза тройного кристалла.

Как видно из полученных результатов (таблица), для рассмотренного соединения CdSiP₂ получены отрицательные значения $\Delta G(T)$, что является свидетельством возможности синтеза данного соединения при прямом сплавлении исходных веществ. При этом полученные значения достаточно велики по абсолютной величине, что может свидетельствовать о высокой вероятности синтеза CdSiP₂ посредством прямой реакции из исходных компонентов.

Фазовый переход	Температура, К	$-\Delta G(T)$, кДж/моль
Cd(т) → Cd(ж)	594.258	564.6
Cd(ж) → Cd(г)	1039.65	449.6
CdSiP ₂ (т) → CdSiP ₂ (ж)	1393	327.2

В результате была разработана следующая методика синтеза CdSiP₂. Во избежание разгерметизации кварцевой ампулы, вызванной избыточным давлением паров P, и эффективного синтеза соединения CdSiP₂, использо-

вался специальный профиль температуры в печи (рис. 1). Начало ампулы находилось на 23-м см печи, хвост ампулы – на 65-м см. Проводился поэтапный нагрев реакционной зоны: до температуры 1080 °С – за 2.7 ч, затем до температуры синтеза (1175–1185 °С) – за 1.3 ч. Общее время нагрева до температуры синтеза не превышало 4 ч. Описанный процесс позволял получить 25 г поликристаллического CdSiP_2 (рис. 2), то есть выход синтезированного продукта составлял около 100 %.

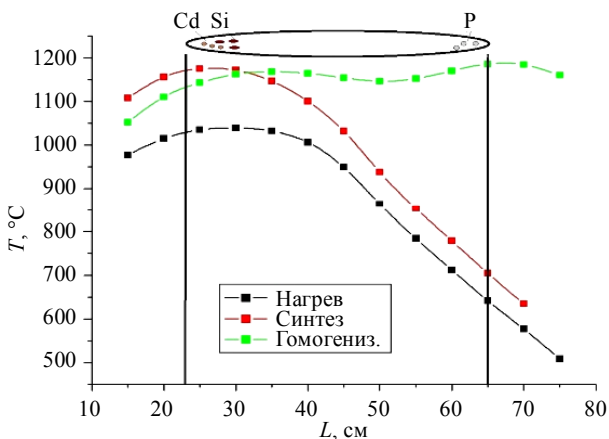


Рис. 1. Температурный профиль в печи при различных режимах, используемых в процессе синтеза



Рис. 2. Синтезированный поликристаллический CdSiP_2

В нашей работе кристаллизация проводилась вертикальным методом Бриджмена. Для проведения эксперимента по кристаллизации CdSiP_2 брались синтезированные ранее поликристаллы CdSiP_2 , измельчались и загру-

жались в кварцевую ампулу, которую отплавляли и вакуумировали. Ампула с загрузкой помещалась во внешнюю ампулу большего диаметра длиной 28 см, которая использовалась для создания противодавления. Начало ампулы помещалось на 47-м см печи. Ампула опускалась со скоростью 0.6 °C/ч. Для проведения кристаллизации использовался температурный профиль печи, показанный на рис. 3.

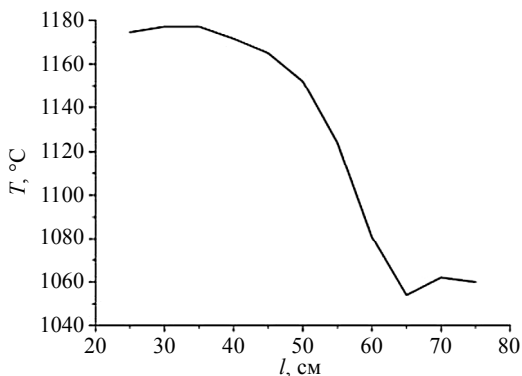


Рис. 3. Температурный профиль в печи для перекристаллизации синтезированного CdSiP_2 методом Бриджмена

В результате был получен слиток, содержащий блоки CdSiP_2 . При этом материал сильно взаимодействовал со стенками реакционной ампулы (рис. 4). Произвести отделение слитка от стенок ампулы было невозможно даже с помощью обработки в ультразвуковой ванне.

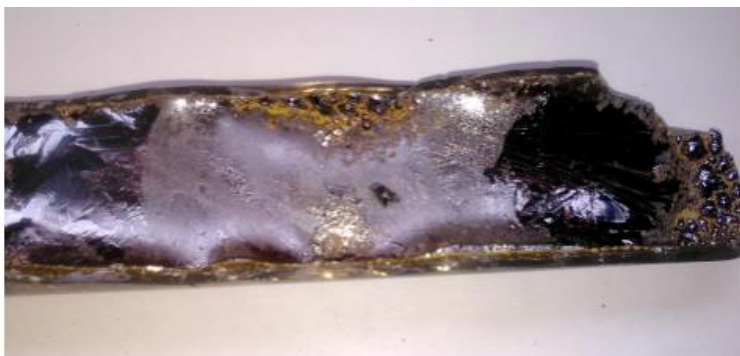


Рис. 4. Фотография полученного методом направленного охлаждения CdSiP_2 . Видны остатки стенок кварцевой лодочки

ЛИТЕРАТУРА

1. Zawilski K.T., Schunneman P.G., Pollak T.C., et al. // J. Cryst. Growth. – 2010. – V. 312. – P. 1127–1132.
2. Fan L., Zhu S., Zhao B., et al. // J. Cryst. Growth. – 2012. – V. 338. – P. 228–231.
3. Abrahams S.G., Bernstein J.L. // J. Chem. Phys. – 1971. – V. 55. – No. 2. – P. 796–803.
4. Lambrecht W.R.L., Jiang S.X. // Physical Review: B. – 2004. – V. 70. – P. 45204.
5. Long F., Shifu Z., Beijun Z., Baojun C., Zhiyu // J. Crystal Growth. – 2012. – V. 338. – P. 228–231.
6. Long F., Shifu Z., Beijun Z., Baojun C. // J. Crystal Growth. – 2013. – V. 364. – P. 62–66.
7. Cheng K., Zhang G., Zhai Z., Zhang L., Zhang P., Liu L., Tao X. // J. Crystal Growth. – 2019.

Курасова Анна Сергеевна, магистрантка; anyutakurasova@mail.ru

Фазовый 2D-3D-переход при формировании GaN КТ на поверхности AlN методом аммиачной МЛЭ

Я.Е. Майдэбура^{1,2}, Ю.Г. Галицын¹, В.Г. Мансуров¹,
Т.В. Малин¹, Д.С. Милахин¹, К.С. Журавлев^{1,3}

¹ Институт физики полупроводников им А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный технический университет,
г. Новосибирск, Россия

³ Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия

Квантовые точки (КТ) GaN используются для создания различных приборов нано- и оптоэлектроники. Например, КТ GaN, сформированные на подложке AlN, могут служить источниками одиночных фотонов при комнатной температуре или же структуры с GaN КТ используются для создания светоизлучающих диодов и лазерных диодов УФ и видимого диапазонов, а также быстродействующих ИК-фотоприемников. В настоящее время считается, что при гетероэпитаксиальном росте с рассогласованием решеток больше чем 2 %, выигрыш в энергии, вызванный релаксацией упругих напряжений на свободных краях КТ, является ключевым фактором при переходе от двумерного к трехмерному росту. Использование такого подхода к росту КТ и контролю параметров при формировании GaN КТ затруднено из-за относительно небольшого рассогласования решетки GaN и AlN (около 2.3 %).

Необычный эффект наблюдается при формировании GaN КТ на поверхности AlN методом аммиачной МЛЭ. Эффект заключается в следующем: после остановки роста и отключения потока аммиака наблюдался 2D–3D-фазовый переход, в результате которого слой тонкой пленки GaN толщиной около 4 МС (2 нм) перестраивался в 3D-островки – КТ. Данный эффект прерывания аммиака при остановке роста исследовался в ряде работ, обзор которых дан в статье [1]. В настоящей работе исследовался 2D–3D-фазовый переход в зависимости от температуры поверхности и давления аммиака в ростовой камере.

Образцы выращивались с помощью установки аммиачной молекулярно-лучевой эпитаксии СВЕ-32 фирмы Riberg на подложках из сапфира с ориентацией (0001). Переход 2D–3D исследовался *in situ* методом дифракции быстрых электронов (ДБЭ). Получение всей эволюции дифракционной картины и последующий анализ поведения дифракционных пятен в зависимости от давления аммиака и температуры проводился с помощью системы kSA 400 на основе ПЗС. Подтверждением наблюдения фазового

2D–3D-перехода являлось изменение дифракционных картин. Так, на рис. 1. показана смена отражательной дифракции, характерной для 2D-слоя, на трансмиссионную дифракцию, присущую 3D-нанообъектам.

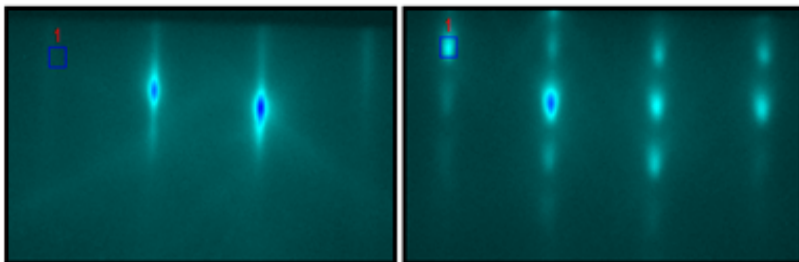


Рис. 1. Дифракционные картины плёнки GaN, демонстрирующие 2D–3D-переход при отключении аммиака. Квадратом выделена область, около полосы 2D GaN, в которой происходило измерение интенсивности 3D-пятна

В результате экспериментов было установлено, что скорость образования 3D-островков GaN при остановке роста и отключении потока аммиака практически не зависит от температуры в диапазоне 790–890 °С, однако десорбция GaN с поверхности AlN сильно зависит от температуры в тех же условиях. При более низких температурах (ниже 740 °С) переход 2D–3D не наблюдается. Зависимость 2D–3D-перехода от давления аммиака в ростовой камере была более явной. Давление потока аммиака заметно влияет на диапазон температур, в котором наблюдался переход. Например, переход наблюдается при температуре 765 °С и полном отключении потока аммиака (до 0 sccm), однако при той же температуре и изменении потока аммиака до значения, равного 10 sccm, переход не наблюдается. Помимо этого, изменение давления аммиака заметно влияло на кинетику 2D–3D-перехода и на плотность ансамбля сформированных КТ. В экспериментах с полным отключением потока аммиака и последующим восстановлением до исходного значения (275 sccm) была обнаружена обратимость перехода, что показано на рис. 2.

Такой переход следует описывать как зависимость степени заполнения поверхности 3D-островками (θ) от температуры поверхности (T) и давления аммиака (P), то есть на основе уравнения состояния $\theta = f(P, T)$. Тогда, прерывание потока аммиака является предельным случаем вариации давления. При отключении потока аммиака молекулы аммиака будут десорбироваться с поверхности слоя GaN и поверхность будет обогащаться галлием (Ga). Такая поверхность, обогащенная Ga, будет обладать значительной поверхностной энергией. В состоянии повышенной поверхностной энергии

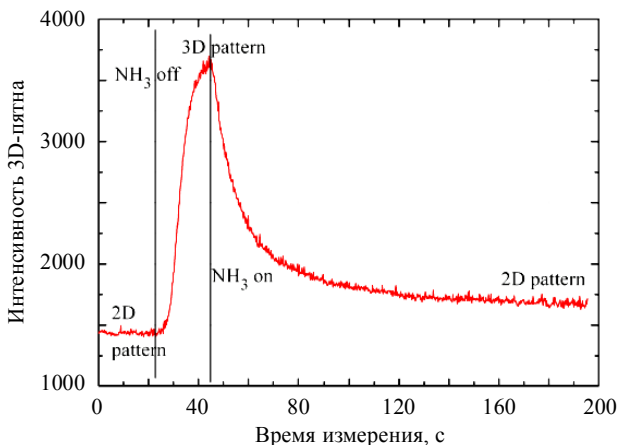


Рис. 2. Интенсивность 3D-пятна GaN как функция от времени, демонстрирующая обратимость фазового 2D–3D-перехода

система не может находиться сколь угодно долго, и необходима релаксация значительной поверхностной энергии, что выражается в образовании 3D-островков. Происходит преобразование морфологии поверхности, при которой молекулы Ga распределяются на новообразованные поверхности. Уравнение состояния фазового перехода в данной работе рассматривается в рамках модели решеточного газа, которая успешно применялась при анализе различных систем, например зародышеобразования при образовании КТ InAs/GaAs(001) [2]. В нашем случае используется трехпараметрическая изотерма решеточного газа для получения уравнения состояния $\theta = f(P, T)$, которая была разработана ранее [2, 3].

ЛИТЕРАТУРА

1. Damilano B., Brault J., Massies J. // J. Appl. Phys. – 2015. – V. 118. – P. 024304.
2. Galitsyn Yu.G., Lyamkina A.A., Moshchenko S.P., et al. Self-assembly of Nanostructures / ed. by S. Belucci // The INFN Lectures: Springer. – V. 3.
3. Галицын Ю.Г., Дмитриев Д.В., Мансуров В.Г. и др. // Письма в ЖЭТФ. – 2007. – Т. 86. – С. 553.

Майдэбура Ян Евгеньевич, инженер ИФП СО РАН, магистрант НГТУ; hnxyr5@gmail.com

Галицын Юрий Георгиевич, д.х.н., вед. науч. сотр.; Yu.G.Galitsyn@isp.nsc.ru

Мансуров Владимир Геннадьевич, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр.; mansurov@isp.nsc.ru

Малин Тимур Валерьевич, инженер 1 кат.; mal-tv@isp.nsc.ru

Милахин Денис Сергеевич, мл. науч. сотр.; dmilakhin@isp.nsc.ru

Журавлёв Константин Сергеевич, д.ф.-м.н., и.о. зав. лабораторией, вед. науч. сотр. ИФП СО РАН; K.S.Zuravlev@isp.nsc.ru

Изменение состава поверхности (001) InP в процессе отжига

И.А. Митрофанов, Д.В. Дмитриев,
Е.В. Федосенко, А.И. Торопов

Институт физики полупроводников им А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия

Подготовка подложки к ростовому процессу при молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) является одной из наиболее важных стадий. Основной задачей является удаление посторонних веществ с поверхности подложки, поскольку качество поверхности подложки напрямую влияет на характеристики приборов. Процесс подготовки поверхности можно разделить на два этапа. На первом этапе проводится прогрев подложки в камере предварительного отжига, при этом с поверхности удаляется часть легколетучих соединений. На втором этапе проводится высокотемпературный отжиг в ростовой камере, в результате которого происходит десорбция окислов и других соединений с поверхности подложки. Высокотемпературный отжиг соединений A_3B_5 проводят в потоке элементов V группы. Обычно первый этап в литературных источниках не описывают, посвящая при этом работу целиком высокотемпературному отжигу в потоке элементов V группы [1, 2]. Цель работы: изучить влияние температуры отжига на состав и структуру поверхности подложки InP.

В работе методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) на Riber Nanoscan 50 Cameca изучено изменение состава поверхности *epi-ready* подложки (001)InP в процессе термического отжига в сверхвысоком вакууме. По изменению интенсивности пиков элементов в спектре проанализирована степень покрытия оксидами поверхности [3]. В таблице представлены результаты РФЭС-анализа до отжига, после отжига при 150 °С и после отжига при 250 °С.

Результаты РФЭС

	O	C	In	P
До отжига	38.6%	22%	26.6%	20.8%
150°С	29.6%	13.7%	33.5%	23.2%
250°С	25%	11%	37.9%	26.1%

Длительность отжига при 150 °С и 250 °С составляла 60 мин. Из таблицы видно, что с повышением температуры отжига повышается концентрация атомов подложки, в то время как концентрация углерода и кислорода уменьшается. В работе показано, что отжиг при 150 °С, а затем при 250 °С,

длительностью один час, приводит к уменьшению концентрации атомов кислорода и углерода на 35 и 50 % соответственно, но не позволяет удалить эти элементы полностью. Для увеличения десорбции С и О с поверхности можно увеличить длительность отжига либо увеличить температуру прогрева, но при выборе температуры отжига необходимо учитывать температуру неконгруэнтного разложения подложки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Averbeck R. et.al.* Oxide desorption from InP under stabilizing pressures of P₂ or As₄ // Appl. Phys. Lett. – 1991. – V. 59. – P. 1732.
2. *Lau W.M., Sodhi R.N.S., and Ingrey S.* Thermal desorption of oxides on InP // Appl. Phys. Lett. – 1988. – V. 52. – P. 386.
3. *Микушкин В.М., Сысоев С.Е., Гордеев Ю.С.* Безэталонный РФЭС способ определения химического состава многофазных веществ и его применение в исследовании нанопленок плазменного оксида InP // ФТТ. – 2004. – Т. 46.

Митрофанов Иван Андреевич, аспирант; ivan_mitrofanov96@mail.ru

Дмитриев Дмитрий Владимирович, мл. науч. сотр.; dmitriev@isp.nsc.ru

Федосенко Евгений Владимирович, науч. сотр.; fedos@isp.nsc.ru

Торопов Александр Иванович, к.ф.-м.н., вед. науч. сотр.; toropov@isp.nsc.ru

Спектральные зависимости оптического отражения от структуры GaN/Al₂O₃*

А.В. Михайленко, К.Г. Аксенов, А.С. Акрестина

*Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники, г. Томск, Россия*

Пленки GaN и гетероструктур GaN/InAlGaN, выращиваемые на различных подложках, открывают широкие возможности для реализации на их основе различных элементов и устройств интегральной и нелинейной фотоники [1, 2]. Спектроскопические исследования отражения оптического излучения от таких пленочных структур позволяют получать информацию об их физических и оптических свойствах [3, 4]. В данной работе представлены результаты экспериментального исследования спектральных зависимостей коэффициента отражения пленки GaN, выращенной на сапфировой подложке, в диапазоне длин волн 185–900 нм.

Исследуемый образец представлял собой пленку GaN, выращенную в Центре нанонауки и нанотехнологий Тайваньского Национального Сунь Ятсен университета на оптически полированной поверхности подложки из сапфира. При этом вторая грань подложки, с поперечными размерами 10×10 мм, имела шлифованную поверхность. По данным изготовителей, пленка имела толщину $h = 10$ нм.

Спектральные зависимости коэффициентов отражения $R(\lambda)$ измерялись на спектрофотометре Shimadzu UV-2700 в диапазоне длин волн 185–900 нм в режиме измерения «Спектральный модуль» для трех значений ширины щели: $\Delta\lambda = 1, 2$ и 5 нм. Коэффициент отражения фиксировался с оптически полированной стороны подложки с нанесенной на неё пленкой GaN. При этом световой пучок в спектрофотометре был ограничен апертурной диафрагмой с диаметром 5 мм.

При измерениях спектральных зависимостей коэффициента отражения $R(\lambda)$ на спектрофотометре Shimadzu UV-2700 используется метод сравнения интенсивностей световых пучков, отраженных от исследуемого образца и от входящего в комплект алюминиевого зеркала, при угле падения 5° . Для расчета абсолютной величины $R(\lambda)$ необходимые значения коэффициента отражения данного эталонного зеркала $R_{Al}(\lambda)$, являющегося спектрально зависимым в рабочем диапазоне от 185 до 900 нм, использовались данные из работы [5]. Анализ рассчитанных из экспериментальных данных

* Работа выполнена в рамках Госзадания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации на 2020–2022 годы (задание FEWM-2020-0038/3).

зависимостей $R(\lambda)$ для используемых значений ширины щели спектрофотометра показал, что наименьшие отклонения от монотонного хода кривых, связанные с экспериментальными погрешностями, имеют место при $\Delta\lambda = 2$ нм. Рассчитанная для этого случая спектральная зависимость 1 коэффициента отражения, учитывающая данные для $R_{Al}(\lambda)$, показана на рис. 1 ромбами. Зависимость 2 , представленная на данном рисунке точками, соответствует экспериментальным данным, полученным со спектрофотометра, где полагается, что эталонное зеркало имеет коэффициент отражения $R_e(\lambda) = 1$.

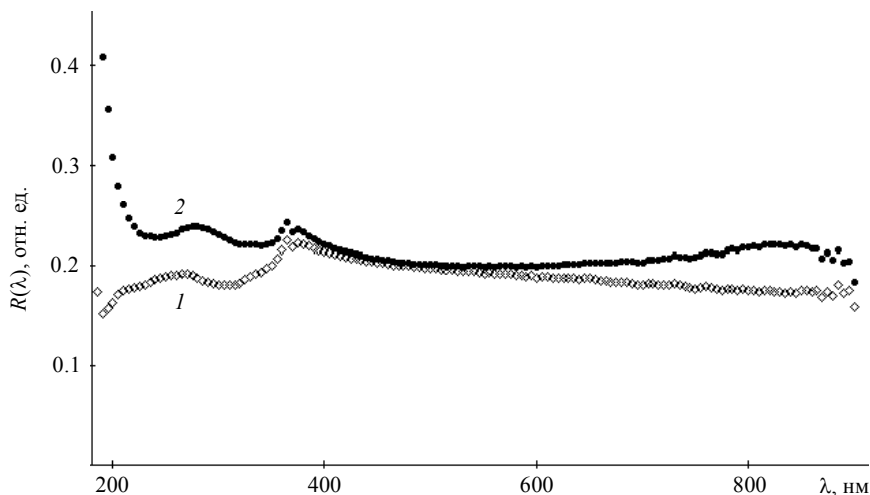


Рис. 1. Спектральные зависимости коэффициента отражения для структуры пленка GaN/подложка Al_2O_3 для светового пучка, падающего на образец со стороны пленки

Как следует из рисунка, учёт спектральной зависимости коэффициента отражения комплектного алюминиевого зеркала $R_{Al}(\lambda)$ спектрофотометра является необходимым для определения истинной зависимости $R(\lambda)$ исследуемых образцов. На скорректированной зависимости 1 можно выделить два участка, на первом из которых, при $\lambda > 372$ нм, происходит практически монотонное падение коэффициента отражения, связанное с уменьшением показателя преломления $n(\lambda)$ материала пленки в области прозрачности GaN вследствие нормальной дисперсии. Более сложная зависимость $R(\lambda)$, связанная с сильным оптическим поглощением материала пленки за его краем, наблюдается в коротковолновой области, при $\lambda < 372$ нм.

Авторы благодарят Р.В. Ромашко и С.М. Шандарова за предоставление образца GaN/ Al_2O_3 и полезные консультации.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Das R., Thyagarajan K.* Broadening of the phase-matching bandwidth in quasi-phase matched second harmonic generation using GaN based Bragg reflection waveguide // *Opt. Lett.* – 2007. – V. 32. – No. 21. – P. 3128–3130.
2. *Soltani M., Soref R., Palacios T., Englund D.* AlGaIn/AlN integrated photonics platform for the ultraviolet and visible spectral range // *Opt. Express.* – 2016. – V. 24. – No. 22. – P. 25415–25423.
3. *Заяц Н.С., Генцарь П.А., Бойко В.Г. и др.* Оптические свойства пленок GaN/Al₂O₃, легированных кремнием // *ФТП.* – 2009. – Т. 43. – № 5. – С. 617–620.
4. *Кистенева М.Г., Акрестина А.С., Худякова Е.С. и др.* Оптические и волноводные свойства эпитаксиальных структур GaN/InGaIn, выращенных на сапфировой подложке // *Изв. вузов. Физика.* – 2015. – Т. 58. – № 8-3. – С. 24–27.
5. *Шандаров С.М., Акрестина А.С., Михайленко А.В., Аксенов К.Г.* Измерения спектральной зависимости коэффициента отражения комплектного алюминиевого зеркала спектрофотометра Shimadzu UV-2700 // *Сб. докл.: Шарыгинские чтения. I Всерос. науч. конф., 18–19 сент. 2019 г. – Томск, 2019.* – С. 68–72.

Михайленко Анастасия Валерьевна, студентка; nastyamih1999@mail.ru
Аксенов Константин Геннадьевич, студент; avmhno@gmail.com
Акрестина Анна Сергеевна, к.ф.-м.н., доцент каф. ЭП; aka_83@mail.ru

Эпитаксиальный рост твердых растворов $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x / \text{Si}$ (100)

В.А. Мясников, В.В. Дирко

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Твердые растворы $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ находят в последнее время все новые практические применения в электронике. Рассматривается возможность использования их как основного материала при создании фотоприемников или быстродействующих транзисторов. При разработке современных приборов используются параметры как чистого Si и Ge, так и параметры $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, изменяющиеся в зависимости от процентного содержания Ge. [1] Одним из основных методов получения таких эпитаксиальных пленок для оптоэлектроники является метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). В основе метода лежит осаждение испаренного в молекулярном источнике вещества на кристаллическую подложку, что позволяет создавать наногетероструктуры (НГ). При синтезе НГ методом МЛЭ материалы, входящие в состав эпитаксиальной пленки, должны иметь близкие постоянные решетки, такому условию отвечают Si и Ge [2].

Синтез эпитаксиальных пленок кремния и германия позволяет получить образцы SiGe/Si с различным процентным содержанием. В работе эксперименты по эпитаксиальному росту тонких пленок SiGe/Si проводились на установке МЛЭ «Катунь-100». Несмотря на достаточно простую идею, реализация данной технологии требует чрезвычайно сложных технических решений.

Важной задачей является выбор толщины слоя твердого раствора $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, при котором пленка $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ должна оставаться сплошной, псевдоморфной и бездислокационной, то есть, необходимо оставаться в пределах упруго напряженного двумерного роста. В работе проводился анализ синтезируемых структур твердых растворов посредством метода дифракции быстрых электронов (ДБЭ).

На рис. 1 приведены результаты измерения профиля интенсивности дифракции зеркально отраженных электронов в процессе осаждения твердого раствора $\text{Si}_{80}\text{Ge}_{20}$. На рисунке видно, что после начала эпитаксии твердого раствора $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ наблюдается область периодического изменения профиля интенсивности дифракционных картин. Это связано с осцилляционным характером интенсивности отраженных электронов при послойном росте эпитаксиальной пленки. Таким образом, мы можем контролировать послойный рост твердого раствора и определить скорость роста псевдоморфного слоя, а также время перехода к островковому росту.

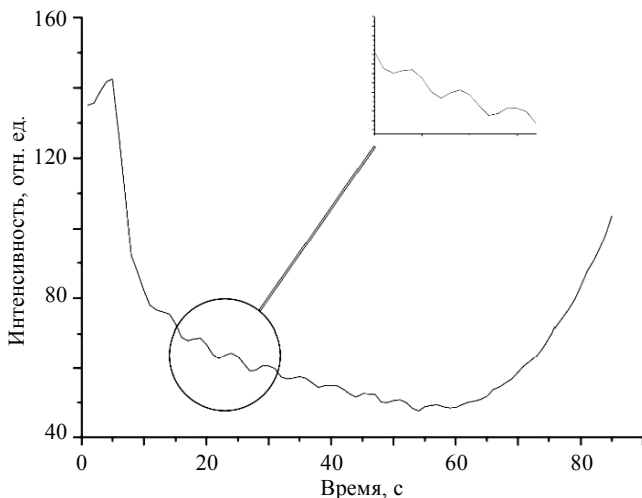


Рис. 1. Профиль изменения интенсивности
основного рефлекса Si (100)

Таким образом, в работе представлены результаты серии экспериментов по эпитаксии твердых растворов $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ на Si(100) при различных процентных содержаниях Ge. Получены зависимости критической толщины твердого слоя $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ от процентного содержания германия при температуре кремниевой подложки 500 °С.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тимофеев В.А. Морфология и структура поверхности на начальных стадиях роста пленок GeSi и GeSiSn на Si(100): автореф. дис. д-ра физ.-мат. наук. – Новосибирск: Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова, 2014.
2. Лозовой К.А., Коханенко А.П., Дирко В.В., Войцеховский А.В. Рост квантовых точек Ge на окисленной поверхности Si // Актуальные проблемы радиофизики: VIII Международная научно-практическая конференции: сб. трудов. – Томск: Издательский Дом ТГУ, 2019. – С. 372.

Мясников Виктор Александрович, студент; furball000007@gmail.com
Дирко Владимир Владиславович, аспирант; Vovenmir@gmail.com

Температурная зависимость эффективности сбора зарядов сенсоров на основе GaAs:Cr-структур при облучении импульсами ИК-диапазона

И.Г. Павлов

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

В современной физике высоких энергий широко применяются полупроводниковые детекторы ионизирующих излучений. В настоящее время более 90 % всех полупроводниковых приборов изготавливается на основе кремния и германия. Однако использование сенсоров на их основе ограничено низким диапазоном рабочих температур. Поэтому на первый план встают сложные полупроводники, например арсенид галлия (GaAs), который обладает рядом преимуществ, таких, как большая ширина запрещенной зоны (1.4 эВ), высокий коэффициент поглощения гамма-лучей (10–60 кэВ) и высокая подвижность электронов. Однако арсенид галлия имеет существенный недостаток – малую величину времени жизни носителей заряда (10^{-8} с), что обусловлено наличием собственных точечных дефектов (глубоких EL2-центров) [1]. Одним из способов уменьшения влияния EL2-центров является компенсация GaAs хромом [2].

Эффективность сбора заряда (*CCE*) – основная характеристика детекторов, зависящая от произведения подвижности и времени жизни носителей заряда.

Были исследованы структуры Me–GaAs:Cr–Me с металлическими контактами Ni. Для получения зависимостей были сняты амплитудные спектры в диапазоне температур 25–50 °С при напряжениях на сенсоре от 10 до 150 В. Регулировка температуры происходила при помощи элемента Пельтье. В качестве источника излучения ИК–диапазона использовалась пикосекундная лазерная головка. С помощью измерительной установки были получены амплитудные спектры.

С использованием полученных амплитудных спектров, путём определения канала АЦП, соответствующего пику лазерного импульса, была определена эффективность сбора заряда. Ранее была проведена калибровка измерительного тракта, в ходе которой было установлено, что номер канала АЦП, соответствующий 100 %-й эффективности сбора заряда, равняется 326.

$$CCE = \frac{N_{\text{АЦП}}}{N_{326}} \cdot 100\% .$$

На рис. 1 представлена зависимость эффективности сбора заряда от напряженности электрического поля при различных рабочих температурах.

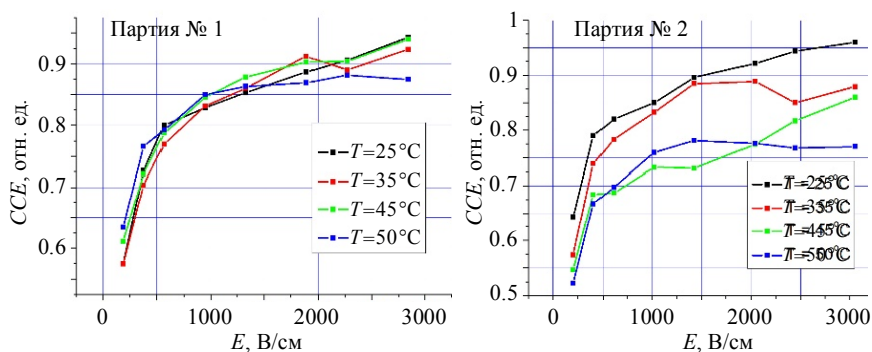


Рис. 1. Температурная зависимость эффективности сбора зарядов от напряженности электрического поля

Как можно заметить, для образцов из обеих партий с ростом температуры при больших значениях напряжения смещения характерно уменьшение эффективности сбора зарядов. Для образцов из партии №1 при значениях напряжения 50–120 В наблюдаются колебания значений CCE в небольшом интервале, и однозначной зависимости здесь нет. Однако для образцов из партии № 2 при тех же значениях напряжения заметно снижение эффективности сбора зарядов при увеличении температуры. То есть можно предположить, что увеличение рабочей температуры в области образца оказывает негативный эффект на значение CCE . Для подтверждения данных гипотез были рассчитаны доверительные интервалы (рис. 2). Как можно заметить, для сенсоров из партии № 1 наблюдается перекрытие доверительных интервалов во всем диапазоне исследуемых напряжений. Исходя из этого факта, можно предположить, что изменение рабочей температуры в области полупроводникового сенсора никак не влияет на его эффективность сбора заряда. Для сенсоров из партии № 2 также наблюдается перекрытие доверительных интервалов практически во всем диапазоне исследуемых напряжений. Однако при значениях напряжения 70–100 В можно заметить, что доверительные интервалы не перекрываются. Таким образом, можно предположить, что с ростом рабочей температуры эффективность сбора зарядов уменьшается.

С использованием уравнения Хехта, было определено время жизни электронов для исследуемых образцов из двух партий, численные значения представлены в таблице.

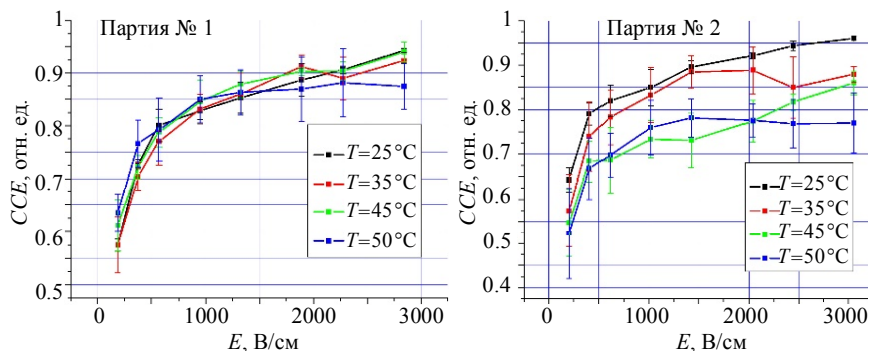


Рис. 2. Зависимости эффективности сбора зарядов от напряженности электрического поля при различных рабочих температурах

Температурная зависимость времени жизни зарядов

$T, ^\circ\text{C}$		25	30	35	40	45	50
$\tau, \text{нс}$	Партия № 1	78	83	75	93	84	89
	Партия № 2	89	68	66	47	44	43

Как можно заметить, температурная зависимость времени жизни носителей зарядов для партии № 1 отсутствует. Величина времени жизни для образцов из партии № 2 уменьшается по мере роста температуры более чем в два раза.

Таким образом, было установлено, что для образцов из партии № 1 температурная зависимость эффективности сбора зарядов отсутствует. Для сенсоров из партии № 2 с ростом температуры наблюдается снижение эффективности сбора зарядов. Можно предположить, что температурная зависимость эффективности сбора зарядов связана с температурной зависимостью времени жизни носителей зарядов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Толбанов О.П. Детекторы ионизирующих излучений на основе компенсированного арсенида галлия // Вестник Томского государственного университета. Серия «Физика». – 2005. – № 285. – С.155–163.
2. Ayzenshtat G.I. GaAs structures for X-ray imaging detectors // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 2001. – V. 466. – No. 1. – P. 25–32.

Павлов Илья Григорьевич, магистрант; ilya_pavlov_1997@mail.ru

Влияние сил Ван-дер-Ваальса на поверхностную энергию поверхностей кремния при упругой деформации

М.Б. Пидченко, С.Н. Филимонов

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Влияние упругих напряжений на свойства полупроводниковых поверхностей и кинетику эпитаксиального роста неоднократно становилось предметом исследования, в том числе и с использованием первопринципных квантовомеханических методов [1–5]. Но в предшествующих работах расчеты свойств упруго деформированных кристаллов проводились без учета сил Ван-дер-Ваальса, что могло вызывать неточности полученных ранее результатов. В данной работе представлены результаты моделирования влияния дисперсионных сил на структурные и энергетические характеристики упруго-напряженных поверхностей кремния.

Расчет структурных и энергетических характеристик поверхностей проводился из первых принципов в рамках метода функционала электронной плотности. Для расчетов использовался пакет программ FHI-aims [6]. Обменно-корреляционная энергия учитывалась в рамках приближения обобщенного градиента в параметризации Пердюю – Бурке – Эрнцерхофа [7]. Расчет дисперсионных взаимодействий проводился с использованием метода многоэлектронной дисперсии (MBD) [8, 9]. Поверхность кристалла моделировалась путем периодической повторяемости модельной ячейки, состоящей из кристаллических слоев кремния и слоя вакуума.

Модельный кристалл подвергался трехосному сжатию/растяжению от -2 до $+2$ % от значения равновесной постоянной решетки. Из рис. 1, *a* видно, что характер релаксации чистой поверхности $\text{Si}(111)-1 \times 1$ не зависит от величины и знака приложенных напряжений. Расчеты показывают (рис. 1, *b*), что энергия поверхности $\text{Si}(111)-1 \times 1$ монотонно уменьшается с увеличением постоянной решетки кристалла (рис. 1, *b*). Из полученных данных следует, что вклад дисперсионных сил не зависит от степени деформации кристаллической решетки и составляет 9–10 % от величины поверхностной энергии (рис. 1, *b*).

Расчеты показывают, что осаждение Bi в α -фазе приводит к существенному изменению геометрии двух верхних кристаллических слоев кремния. Характер релаксации поверхности $\alpha\text{-Bi/Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ зависит от знака приложенных напряжений (рис. 2, *a*). Поверхностная энергия поверхности $\alpha\text{-Bi/Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ немонотонным образом зависит от величины упругой деформации решетки (рис. 2, *b*). Атомы верхней части первого бислоя

Si(111), химически связанные с атомами Bi, смещаются вверх, тогда как атомы нижней части первого бислоя, находящиеся под атомами Bi, смещаются вглубь кристалла (см. рис. 2, в). При этом относительный вклад дисперсионных сил в поверхностную энергию кристалла меняется при изменении напряжения. Относительный вклад дисперсионных сил в поверхностную энергию α -фазы составляет 14–23%, в зависимости от величины упругих напряжений кристалла.

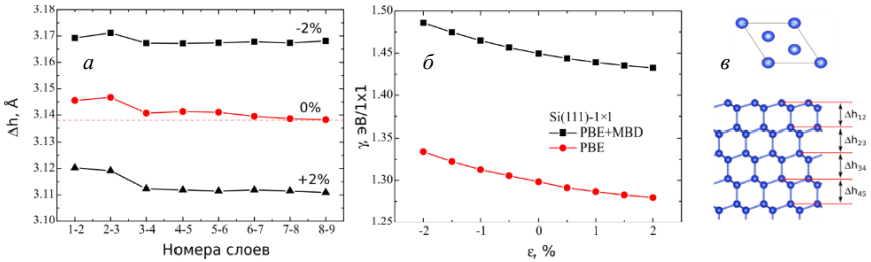


Рис. 1. Поверхность Si(111)-1x1: *a* – изменение межплоскостного расстояния по глубине кристалла при разных значениях деформации решетки, пунктиром показано межплоскостное расстояние в объеме недеформированного кристалла; *б* – поверхностная энергия в зависимости от величины деформации решетки; *в* – структура модельного кристалла

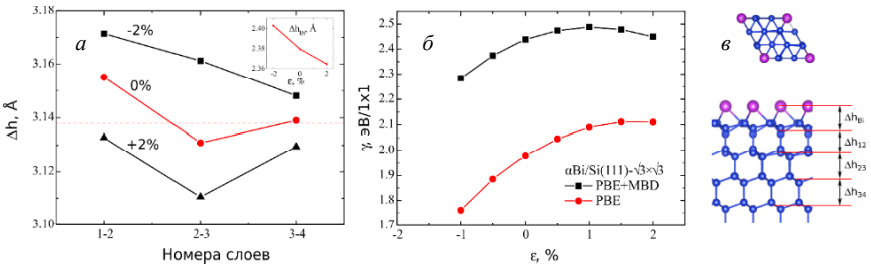


Рис. 2. Поверхность $\alpha\text{-Bi/Si(111)-}\sqrt{3}\times\sqrt{3}$: *a* – изменение межплоскостного расстояния по глубине кристалла при разных значениях деформации решетки, пунктиром показано межплоскостное расстояние в объеме недеформированного кристалла; на вставке показано изменение расстояния между слоем Bi и верхним слоем Si; *б* – поверхностная энергия в зависимости от величины деформации решетки; *в* – структура модельного кристалла

ЛИТЕРАТУРА

1. Brune H., Bromann K., Röder H., Kern K., et al. // Phys. Rev. B. – 1995. – V. 52. – P. R14380–R14383.
2. Ratsch C., Seitsonen A.P., Scheffler M. // Phys. Rev. B. – 1997. – V. 55. – P. 6750–6753.
3. Hoshino T., Hata M. // Surf. Sci. – 2001. – V. 481. – P. 205–2014.

4. *Penev E., Kratzer P., Scheffler M.* // Phys. Rev. B. – 2001. – V. 64. – P. 26–28.
5. *Van de Walle A., Asta M., Voorhees P.* // Phys. Rev. B. – 2003. – V. 67. – P. 041308.
6. *Zhang G.-X. et al.* // Phys. Rev. Lett. – 2011. – V. 107. – P. 245501.
7. *Klimeš J., Bowler D. R., Michaelides A.* // Phys. Rev. B. – 2011. – V. 83. – P. 195131.
8. *Gao W., Tkatchenko A.* // Phys. Rev. Lett. – 2013. – V. 111. – P. 045501.
9. *Woods L.M. et al.* // Rev. Mod. Phys. – 2016. – V. 88. – P. 045003.

Пидченко Михаил Борисович, аспирант; michanpich@yandex.ru

Филимонов Сергей Николаевич, к.ф.-м.н., декан физического факультета;
filimon@phys.tsu.ru

Моделирование плазмонного усиления излучения от квантовых точек в гибридных структурах с наночастицами серебра*

Н.А. Половников^{1,2}, В.А. Зиновьев¹, А.В. Двуреченский^{1,3}

¹ *Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия*

² *Новосибирский государственный технический университет,
г. Новосибирск, Россия*

³ *Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия*

В настоящее время наблюдается значительный прогресс в использовании металлических наноантенн для создания эффективных излучателей на основе полупроводниковых квантовых точек (КТ) [1]. Усиление интенсивности излучения КТ в таких структурах обусловлено увеличением вероятности излучательных переходов за счёт возрастания напряжённости электрического поля в условиях плазмонного резонанса при расположении КТ в непосредственной близости от металлических наночастиц [2]. В данной работе проводится теоретическое исследование ранее обнаруженного эффекта многократного усиления излучения от КТ при возбуждении плазмонных колебаний в трёхмерных наноостровках Ag, расположенных на поверхности гетероструктуры Ge/Si с КТ [3].

Целью данной работы является установление зависимости эффекта усиления излучения от квантовых точек от геометрических размеров и взаимного расположения наночастиц серебра.

В ходе работы было проведено компьютерное моделирование усиления излучения от квантовых точек за счёт возбуждения плазмонных колебаний в трёхмерных наноостровках серебра, расположенных на поверхности гетероструктуры Ge/Si с квантовыми точками. Модельная структура представляла собой кремниевую подложку со встроенной на различную глубину d_0 квантовой точкой. На поверхности данной структуры была расположена наночастица Ag в форме диска. КТ моделировалась точечным дипольным источником излучения и была расположена под нижним краем нанодиска Ag. Моделирование проводилось для двух случаев: 1) с одиночной изолированной наночастицей Ag и 2) с упорядоченным массивом наночастиц Ag. Во втором случае были использованы периодические граничные условия. Согласно работе [4], оптимальный период для наблюдения

* Исследование выполнено за счёт гранта Российского научного фонда (проект №19-12-00070).

эффекта усиления электрического поля за счёт плазмонного резонанса в двумерном периодическом массиве металлических частиц можно определить по формуле

$$a = \frac{\lambda_p}{n},$$

где a – период структуры; λ_p – длина волны, на которой возбуждается плазмонный резонанс в изолированной металлической наночастице; n – показатель преломления среды. Согласно данным работы [3], экспериментальные структуры с SiGe КТ излучают в спектральном диапазоне 1.3 – 1.4 мкм. Таким образом, для кремния, с показателем преломления $n \approx 3.5$, оптимальным условием будет период в диапазоне значений 370 – 400 нм.

Для определения влияния размера металлической частицы на спектральное положение плазмонного резонанса, а также на интенсивность и ширину линии излучения КТ был рассмотрен случай с изолированной наночастицей, взаимодействующей с точечным диполем (рис. 1). Для изучения влияния периода структуры на данные параметры была рассмотрена задача для периодической структуры из металлических частиц, взаимодействующих с излучением точечных диполей (рис. 2).

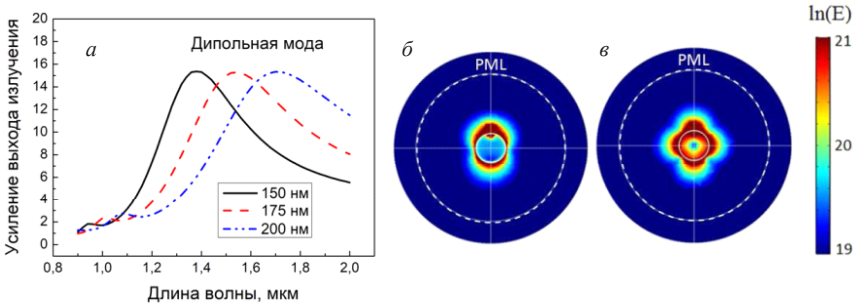


Рис. 1. Спектральная зависимость усиления выхода излучения от квантовой точки (диполя) в гибридной структуре при различных размерах наночастицы серебра (а); конфигурация электрических полей вблизи металлической частицы в условиях плазмонного резонанса: б – дипольная мода, в – квадрупольная мода. Глубина залегания излучающего диполя $d_0 = 10$ нм

В результате работы было получено, что при уменьшении размеров нанодисков Ag положение пика плазмонного резонанса смещается в область коротких длин волн, при этом усиление выхода излучения остается постоянным. Согласно данным модельного расчета, при латеральном размере серебряного нанодиска $L = 150$ нм и аспектном отношении (отношение высоты

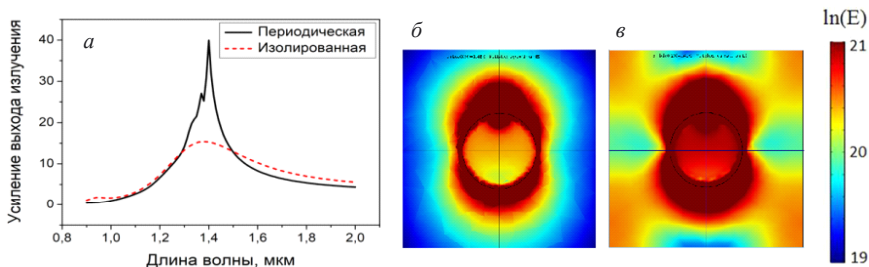


Рис. 2. Спектральная зависимость усиления выхода излучения от квантовой точки (диполя) в гибридной структуре для изолированной и периодической систем (*а*); конфигурация электрических полей вблизи металлической частицы в условиях плазмонного резонанса на длине волны 1.4 мкм: *б* – изолированная система, *в* – периодическая система для $a = 400$ нм. Глубина залегания излучающего диполя $d_0 = 10$ нм

нанодиска к размеру основания) $h/L = 0.25$ спектральное положение пика плазмонного резонанса совпадает с диапазоном излучения SiGe КТ, что приводит к максимальному эффекту усиления излучения от КТ. При исследовании влияния удаленности КТ от нанодиска серебра на усиление выхода излучения было получено, что с увеличением глубины залегания КТ с 10 до 50 нм коэффициент усиления уменьшался примерно в 6 раз, что обусловлено уменьшением напряжённости электрического поля вблизи квантовой точки при её удалении от металлической частицы. Также было установлено, что в случае периодического массива имеет место сужение пика плазмонного резонанса и увеличение интенсивности излучения при неизменном спектральном положении (рис. 2).

ЛИТЕРАТУРА

1. Lyamkina A.A., Schraml K., Regler A., Schalk M., Bakarov A.K., Toropov A.I., Moshchenko S.P., and Kaniber M. // *Opt. Express*. – 2016. – V. 25. – P. 28936–28944.
2. Климов В.В. Наноплазмоника. – М.: Физматлит, 2009. – 480 с.
3. Zinoviev V.A., Zinovieva A.F., Katsuba A.V., et. al. // *Semiconductors*. – 2018. – V. 52. – P. 2149.
4. Chu Y., Schonbrun E., Yang T., and Kenneth B. Crozier. // *Appl. Phys. Lett.* – 2008. – V. 93. – P. 181108.

Половников Никита Алексеевич, лаборант ИФП СО РАН, магистрант НГТУ; niketaaa@mail.ru

Зиновьев Владимир Анатольевич, к.ф.-м.н., науч. сотр.; zinoviev@isp.nsc.ru

Двуреченский Анатолий Васильевич, д.ф.-м.н., зав. лабораторией ИФП СО РАН, профессор НГТУ; dvurech@isp.nsc.ru

Слоистый In_2Se_3 на поверхности $\text{Si}(111)$ с гистерезисами температурной зависимости сопротивления*

С.А. Пономарев^{1,2}, Д.И. Рогило², А.Ю. Миронов²,
Д.В. Щеглов², А.В. Латышев²

¹ Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия

² Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия

Изучение новых слоистых двумерных материалов является динамично развивающейся областью физики конденсированного состояния. Уже более десяти лет двумерные материалы представляются многообещающим семейством материалов для фотовольтаики, электроники и фотоники из-за перспективности использования их физических и физико-химических свойств для создания электронных и оптоэлектронных устройств следующего поколения (в частности, солнечных элементов, фотоприемников, устройств памяти с фазовым переходом) [1]. На данный момент, для традиционных материалов, использующихся для приложений в области фотозлектроники ($\text{InGaAs}/\text{HgCdTe}$), процесс изготовления дорогостоящий (например, молекулярно-лучевая эпитаксия), а также имеются особенности в условиях эксплуатации (например, низкая температура) [2]. Кроме того, сложность миниатюризации и низкая гибкость традиционных полупроводников затрудняют их применение в области гибкой оптоэлектроники [3]. Это обеспечивает необходимость в новых материалах, которые обладают соответствующей шириной запрещенной зоны, высокой эффективностью поглощения в широком спектральном диапазоне, высокой гибкостью и возможностью производства с использованием преимуществ более экономичных методов [4]. Атомарная тонкость (1 нм и менее) двумерных материалов обеспечивает высокую механическую гибкость, что дает возможность создавать гибкие полупроводниковые гетероструктуры. Пассивированная атомами халькогена поверхность без оборванных связей облегчает интеграцию слоистых халькогенидов металлов в полупроводниковые гетероструктуры на любых полупроводниковых подложках [5]. Благодаря разнообразным свойствам зонной структуры двумерные материалы охватывают широкий спектр частот от ультрафиолетовых до терагерцевых частот [6]. Слоистый селенид индия In_2Se_3 является одним из двумерных материалов, перспективных с точки зрения создания на его основе солнечных яче-

* Работа выполнена при поддержке РФФ (грант № 18-72-10063) с использованием оборудования ЦКП «Наноструктуры».

ек, фотодетекторов и запоминающих устройств с фазовым переходом [7]. Однако актуальной проблемой является поиск способов выращивания пленок In_2Se_3 с требуемой кристаллической структурой (фазой) и свойствами на кремниевой подложке [7].

В данной работе с использованием *in situ* отражательной электронной микроскопии (ОЭМ) выращены пленки In_2Se_3 на подложке $\text{Si}(111)$ при температуре $T \approx 673$ К, скоростях осаждения In $(0.9\text{--}1.5) \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ и соотношением потоков $\text{In}:\text{Se}$ в диапазоне 1:3 – 1:6 [8]. Наблюдавшиеся в процессе роста картины дифракции быстрых электронов на отражение (ДБЭО) были аналогичны опубликованным ранее [9] и соответствовали росту слоистого In_2Se_3 . Согласно картинам ДБЭО, после выращивания около 5 нм In_2Se_3 происходило зарождение трехмерных (3D) островков. Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) показано, что высота атомных ступеней на поверхности пленок составляет около 1 нм, что соответствует высоте молекулярного слоя In_2Se_3 (рис. 1, *a, б*). Согласно АСМ-изображениям, 3D-островки формировались за счет более быстрого роста кристалла вблизи выходов на поверхность дислокаций с винтовой компонентой. Показано, что уменьшение скорости роста сопровождается уменьшением концентрации 3D-островков и увеличением их линейных размеров.

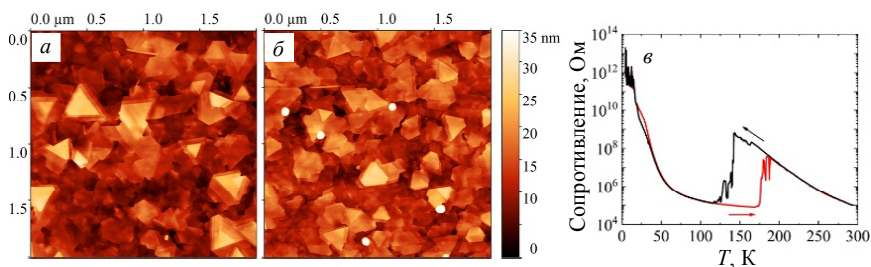


Рис. 1. Топографические АСМ-изображения полученных пленок In_2Se_3 , выращенных со скоростью осаждения индия $1.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ (*a*) и $0.9 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ (*б*). Толщина пленок: *a* – около 8 нм, *б* – около 11 нм. Температурная зависимость сопротивления пленки In_2Se_3 , измеренная по двухконтактной методике (*в*)

На рис. 1, *в* представлена температурная зависимость электрического сопротивления пленки, показанной на рис. 1, *б*. При понижении температуры вблизи $T = 140$ К обнаружено скачкообразное уменьшение сопротивления в ~ 1000 раз. Обратный переход происходит вблизи $T = 180$ К. В интервале температур 20–40 К обнаружен второй гистерезис, происходящий без скачка сопротивления пленки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Xu M., Liang T., Shi M., et al.* Graphene-Like Two-Dimensional Materials // *Chem. Rev.* – 2013. – V. 113 – P. 3766–3798.
2. *Grote R., Padmaraju K., Souhan B., et al.* 10 Gb/s Error-Free Operation of All-Silicon Ion-Implanted-Waveguide Photodiodes at 1.55 μm // *IEEE Phot. Tech. Lett.* – 2013. – V. 25. – No. 1. – P. 67–70.
3. *Huo N., Konstantatos G.* Recent Progress and Future Prospects of 2D-Based Photodetectors // *Adv. Mat.* – 2018. – V. 1801164. – P. 1–27.
4. *Wang F., Yue Z., Yu G., et al.* 2D Metal Chalcogenides for IR Photodetection // *Small*–2019. – V. 1901347. – P. 1–18.
5. *Geim A.K., Grigorieva I.V.* Van der Waals heterostructures // *Nature.* – 2013. – V. 499. – No. 7459. – P. 419–425.
6. *Xia F., Wang. H., Xiao D., et al.* Two-dimensional material nanophotonics // *Nat. Phot.* – 2014. – V. 8. – No. 12. – P. 899–907.
7. *Li W., Sabino F.P., de Lima F.C., et al.* Large disparity between optical and fundamental band gaps in layered In_2Se_3 // *Phys. Rev. B.* – 2018. – V. 98. – No. 16. – P. 1–7.
8. *Poh S., Jun S., Tan R., et al.* Molecular-beam epitaxy of two-dimensional In_2Se_3 and its giant electroresistance switching in ferroresistive memory junction // *Nano Lett.* – 2018. – V. 18. – P. 6340–6346.
9. *Zotov A.V., Saranin A.A., Kubo O., et al.* Quantitative STM investigation of the phase formation in submonolayer $\text{In}/\text{Si}(111)$ system // *App. Surf. Sci.* – 2000. – P. 237–242.

Пономарев Сергей Артемьевич, магистрант 1 курса НГУ; s.ponomarev1@g.nsu.ru

Рогило Дмитрий Игоревич, науч. сотр.; rogiло@isp.nsc.ru

Латышев Александр Васильевич, д.ф.-м.н., академик РАН, директор; latyshev@isp.nsc.ru

Мионов Алексей Юрьевич, науч. сотр.; mironov@isp.nsc.ru

Шеглов Дмитрий Владимирович, ст. науч. сотр.; sheglov@isp.nsc.ru

Формирование наноструктур SiSn на Si(100) по механизму пар – жидкость – кристалл методом молекулярно-лучевой эпитаксии

И.В. Скворцов^{1,2}, В.А. Тимофеев¹, В.И. Машанов¹

¹ *Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН,
г. Новосибирск, Россия*

² *Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия*

Класс материалов Ge-Si-Sn является перспективным с точки зрения создания фотодетекторов, светодиодов, лазеров и транзисторов [1]. В свою очередь, квантово-размерные структуры, такие, как квантовые точки, нитевидные кристаллы (НК) и тонкие плёнки представляют особый интерес благодаря эффектам квантового ограничения [2]. Наиболее распространённым механизмом формирования наноструктур, таких, как НК на основе Si, является механизм пар – жидкость – кристалл (ПЖК) [3]. В большинстве случаев при синтезе кремниевых НК в качестве затравки используют Au, выступающее как ловушка для носителей заряда. Более перспективным является использование элемента IV группы олова, которое имеет низкую температуру эвтектики с Si около 232 °С, значительно меньшую, чем Au. В данной работе изучалось формирование наноструктур SiSn на поверхности Si(100) с использованием олова как затравки для роста структур.

Методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) в условиях сверхвысокого вакуума 10^{-7} – 10^{-8} Па были получены структуры с массивом наноструктур SiSn на кремниевом пьедестале, с использованием Sn в качестве затравки для роста наноструктур. Во время роста морфология поверхности контролировалась методом дифракции быстрых электронов (ДБЭ). Для получения затравочных островков Sn на Si-подложку наносились плёнки Sn различной толщины как с последующим отжигом, так и без него. Нанесение Sn происходило в интервале температур от комнатной до 300 °С, отжиг – от 300 до 600 °С. Далее массив островков олова использовался для изучения роста наноструктур при осаждении Si. Скорости осаждения варьировались в диапазоне от 0.012 до 0.02 нм/с для Sn и от 0.053 до 0.1 нм/с для Si. Установлено, что при росте по механизму ПЖК образуются наноструктуры с высоким содержанием олова на ограниченном Si-пьедестале. Между островками образуется наноструктурированная ячеистая поверхность. Увеличение температуры осаждения Si приводит к уменьшению плотности островков и появлению отчетливой поверхностной структуры в виде наноразмерных ограниченных ячеек, имеющих форму перевернутой пирамиды. Несколько наноструктур на пьедесталах продемонстрированы на изображении сканирующего электрон-

ного микроскопа (СЭМ) во вторичных электронах для одного из образцов (рис. 1, *a*). Для данного образца осаждение Sn производилось при комнатной температуре. Толщина плёнки Sn составляла 20 нм, температура отжига – 400 °С. На образовавшийся массив островков осаждалось 100 нм Si при 400 °С. Помимо островков на пьедесталах, можно видеть ямки, а также круги, которые могут быть связаны с исходными островками Sn на поверхности Si. Пьедестал имеет уширение в основании. Анализ элементного состава полученных наноструктур проводился методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (рис. 1, *б*). Островки SiSn в среднем содержат до 90 % олова, тогда как пьедестал состоит из кремния. С помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) продемонстрировано отсутствие дислокаций для островков SiSn с кремниевым пьедесталом, а также определена их кристаллическая структура. Верхняя часть островка содержит область β -Sn, нижняя – область твердого раствора SiSn.

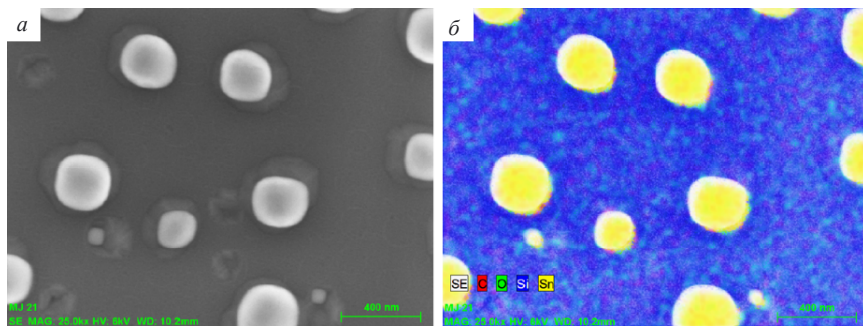


Рис. 1. СЭМ-изображение образца с массивом островков на пьедесталах (*a*); карта элементного состава, полученная методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (*б*). Si и Sn соответствуют синий и жёлтый цвета соответственно

При росте по ПЖК-механизму важную роль играет положение точки эвтектики, так как оно показывает, при какой температуре и в каком составе жидкий раствор Si-Sn находится в равновесии с кремниевой подложкой. С использованием приведённой в работе [4] модели капли жидкого раствора бинарного соединения было рассчитано положение точки эвтектики для системы Si-Sn в зависимости от её элементного состава (рис. 2). Расчёт проводился при условии, что в точке эвтектики фазы находятся в равновесии и свободная энергия Гиббса стремится к минимуму. Полученная зависимость предсказывает содержание кремния в островке SiSn при температуре 400 °С около 8–9 %, что хорошо согласуется с результатами энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

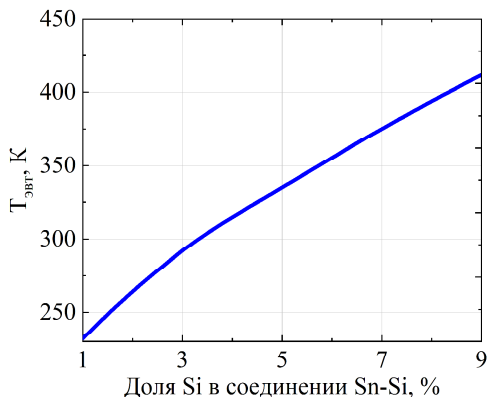


Рис. 2. Зависимость эвтектической температуры $T_{\text{эвт}}$ от доли Si в соединении SiSn

Таким образом, методом МЛЭ получен массив наностроек SiSn с кремниевым пьедесталом по ПЖК-механизму на поверхности Si(100). Определена кристаллическая решётка островков SiSn, а также их элементный состав.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Xia G.* Interdiffusion in group IV semiconductor material systems: applications, research methods and discoveries // *Sci. Bull.* – 2019. – V. 64. – No. 19. – P. 1436–1455.
2. *Alivisatos A.P.* Semiconductor clusters, nanocrystals, and quantum dots // *Science.* – 1996. – V. 271. – No. 5251. – P. 933–937.
3. *Wagner R.S., Ellis W.C.* Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth // *Appl. Phys. Lett.* – 1964. – V. 4. – No. 5. – P. 89–90.
4. *Schmidt V., Wittemann J.V., Gösele U.* Growth, thermodynamics, and electrical properties of silicon nanowires // *Chem. Rev.* – 2010. – V. 110. – No. 1. – P. 361–388.

Скворцов Илья Владимирович, студент; i.skvortsov@g.nsu.ru

Тимофеев Вячеслав Алексеевич, к.ф.-м.н., науч. сотр.; vyacheslav.t@isp.nsc.ru

Машанов Владимир Иванович, к.ф.-м.н.; mash@isp.nsc.ru

Рост Ge/Si-слоев на структуре Si/SiO₂/Si (100)*

А.А. Сушков, Д.А. Павлов, С.А. Денисов, В.Ю. Чалков

*Нижегородский государственный университет имени Н.И. Лобачевского,
г. Нижний Новгород, Россия*

Сформированы и исследованы буферные слои Ge/Si на подложках Si/SiO₂/Si (100) (КНИ) при разных температурах роста. Слой Si выращен с помощью молекулярно-пучковой эпитаксии, а слой Ge получен методом «горячей проволоки». Структурные исследования проведены с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEOL JEM-2100F (200 кВ). Перспектива создания подобных структур сводится к наращиванию на них лазерных структур высокого кристаллического и оптического качества, которые будут совместимы с кремниевой радиационно-стойкой КМОП-технологией.

Изображения поперечного среза гетероструктур КНИ, полученные с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), демонстрируют близкую к атомарно-гладкой поверхность приборного слоя Si. На ПЭМ-изображениях поперечного среза гетероструктур КНИ не было обнаружено контраста, связанного с дефектами. Эти результаты указывают на то, что кристаллическое качество гетероструктуры КНИ не уступает таковому для подложки Si, на которой уже создают лазерные структуры на основе полупроводников группы A₃B₅ через буферные слои Ge/Si [1]. В ходе работы продемонстрированы сложности, которые возникают в процессе роста Ge/Si слоев на КНИ. Радиационно-стойкая гетероструктура КНИ, по сравнению с объемной Si-подложкой, имеет приборный слой Si, который изолирован от подложки Si скрытым слоем SiO₂. Как известно, поверхность Si подвержена интенсивному окислению на воздухе с образованием аморфного материала – диоксида кремния. Для того чтобы убрать SiO₂ с поверхности подложки, проводят ее отжиг и рост буферного слоя Si в вакууме. Экспериментальным путем была найдена оптимальная температура отжига подложки Si, которая составляет 1200 °C [2]. Хотя такой температурный режим способствует устранению оксида с поверхности, он отрицательным образом сказывается на скрытом слое SiO₂ гетероструктуры КНИ. Следовательно, температуру отжига КНИ следует снижать. Исследование поперечного среза гетероструктур Ge/Si/КНИ показало, что отжиг подложки КНИ при температуре 900 °C не полностью устраняет с по-

* Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 18-72-10061).

верхности КНИ диоксид кремния, но при этом сохраняет скрытый в КНИ слой SiO₂. Оставшийся после отжига на поверхности КНИ диоксид кремния способствует нарушению сплошности буферного слоя Si, выращенного на КНИ при температуре роста 800 °С. Уменьшение температуры роста буферного слоя Si с 800 до 600 °С привело к формированию сплошного буферного слоя Si. Релаксация упругих напряжений в процессе эпитаксиального роста слоя Ge на Si происходила с образованием преимущественно таких дефектов, как дислокации, которые прорастали к поверхности.

Несмотря на то, что в данной работе удалось подобрать такие температуры отжига КНИ и роста буферного слоя Si, при которых сохраняется скрытый в КНИ слой SiO₂ и формируются сплошные Ge/Si-буферные слои, тем не менее, требуются дальнейшие исследования, с целью уменьшить число дислокаций, зародившихся на гетерогранице Ge/Si и прорастающих к поверхности структуры Ge/Si/КНИ.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Aleshkin V.Ya., Baidus N.V., Dubinov A.A., Fefelov A.G., Krasilnik Z.F., Kudryavtsev K.E., Nekorkin S.M., Novikov A.V., Pavlov D.A., Samartsev I.V., Skorokhodov E.V., Shaleev M.V., Sushkov A.A., Yablonskiy A.N., Yunin P.A., Yurasov D.V.* Monolithically integrated InGaAs/GaAs/AlGaAs quantum well laser grown by MOCVD on exact Ge/Si(001) substrate // *Appl. Phys. Lett.* – 2016. – V. 109. – No. 6. – P. 061111.
2. *Перевозчиков В.А., Скупов В.Д., Шенгуров В.Г.* Термическая очистка поверхности Si // *Поверхность. Физика, Химия, Механика.* – 1991. – № 10. – С. 154–156.

Сушков Артем Александрович, аспирант; sushkovartem@gmail.com

Павлов Дмитрий Алексеевич, зав. каф. ФПЭН; pavlov@phys.unn.ru

Денисов Сергей Александрович, науч. сотр.; denisov@nifti.unn.ru

Чалков Вадим Юрьевич, науч. сотр.; chalkov@nifti.unn.ru

Влияние сублимации на монокристалл антрацена в атмосфере

Е.В. Терещенко

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

С развитием химической промышленности расширяются и области применения органических материалов, например антрацен и его производные могут использоваться в органической электронике, лазерных применениях и т.д. Из литературных источников [1] известно, что незамещенный антрацен позволяет выращивать достаточно большие кристаллы. Также известно, что характеристики и свойства вещества зависят от легирования [2] и чистоты [3] материала.

Кристаллы антрацена подвержены сублимации при нормальных условиях, это связано с их небольшой теплотой сублимации (около 100 кДж/моль [4]) по сравнению с другими линейными ароматическими углеводородами (ЛАУ). Не менее важное влияние на процесс сублимации оказывает фотодимеризация, возникающая при воздействии ближнего ультрафиолетового излучения на кристалл. Образование димеров для идеальных кристаллов будет происходить только на поверхности, а при наличии дефектов возможно их формирование в объеме кристалла [5]. В присутствии кислорода антрацен окисляется и это приводит к изменению фотопроводимости.

Целью настоящей работы являлось изучение морфологических изменений поверхности в процессе сублимации монокристаллов антрацена в условиях обычной атмосферы и естественного освещения.

В эксперименте моно- и поликристаллы выращивались методом кристаллизации из газовой фазы в ростовой камере, подобной той, что была в работе [6]. Внешняя часть печи – медная труба с установленным на нее нагревателем и системой подачи и отвода инертного газа (Ar). Внутренняя часть – это кварцевая труба с помещёнными в неё источником вещества и подложкой, на которой осуществлялся рост кристаллов. Расположение источника (15 см от края ввода газа-носителя), нагревателя над источником и подложки (10–14 см от источника) обеспечивали диффузию ростового компонента в одном направлении. Температура в области источника равнялась 130 °С, в области роста – 90–120 °С в зависимости от области кристаллизации. Время роста составляло 6 ч. Измерение морфологии поверхности производили с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) «Solver HV».

Исследуемые кристаллы имели латеральные размеры до 1.5 мкм. Исходный кристалл (рис. 1) имел поверхность с террасами роста шириной около 2 мкм и преобладающей высотой ступени 0.7, 1.4 и 2.3 нм. Исследования с применением рентгеноструктурного анализа (РСА) показали, что исследуемая поверхность материала имеет геометрическую ориентацию поверхности кристалла (100) и параметр решетки исследуемых монокристаллов антрацена равен $a \approx 9.43 \text{ \AA}$.

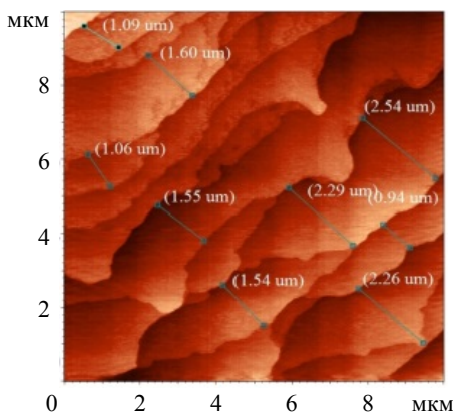


Рис. 1. АСМ-изображение морфологии исходной поверхности монокристалла антрацена

В ходе эксперимента были проведены исследования кристаллов, находившихся при естественном и искусственном УФ-освещении и при отсутствии освещения.

А) При естественном освещении хранение аналогично отжигу кристалла, поскольку даже комнатная температура может приводить к десорбции молекул антрацена с поверхности кристалла. Как видно из рис. 2, через 100 ч после роста на поверхности монокристаллов антрацена наблюдается образование террас шириной 5–15 мкм. Данные террасы разделены макроступенями (показано в выделенной области рис. 2). Они имеют высоту более 10 нм, также на террасах шириной более 10 мкм имеются области с более низкой скоростью растворения, эти области можно назвать центрами торможения. Следуя работе [5], можно предположить, что центры торможения являются областями димеризации антрацена в объеме кристалла. Также наличие подобных центров торможения может быть связано с наличием дефектов или примеси в кристалле. В результате анализа АСМ-изображений можно сделать вывод, что при сублимации молекул имеют

место две стадии процесса: десорбция молекул антрацена из изломов с образованием макроступеней и террас между ними; формирование центров торможения, которые ограничивают ширину террас до 10 мкм.

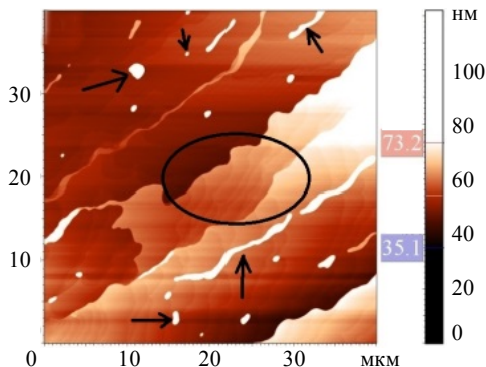


Рис. 2. АСМ-изображение морфологии поверхности кристалла антрацена через 100 часов

В) В случае хранения при отсутствии освещения также было произведено АСМ-сканирование поверхности кристалла. Было выделено два типа основных элементов поверхности: широкие террасы, ширина которых обозначена L_{\max} , и островки, ширина которых обозначена L_1 (рис. 3, б). Можно сделать вывод, что островки антрацена растворяются при отсутствии внешнего освещения по послыбно-островковому механизму.

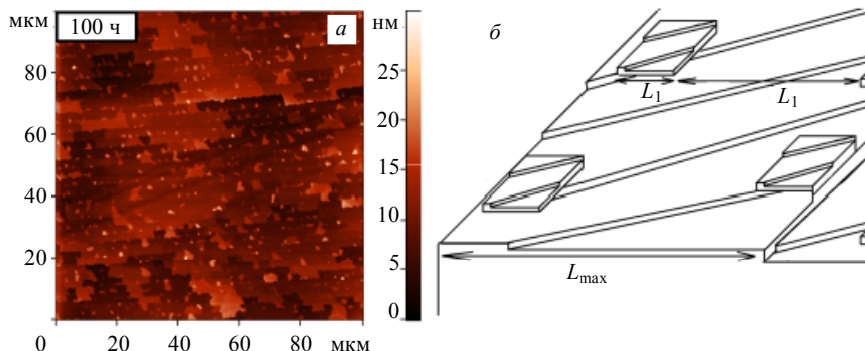


Рис. 3. АСМ-изображение морфологии поверхности кристалла антрацена через 100 ч при хранении в отсутствие освещения (а), схематическое изображение морфологии поверхности (б)

В присутствии УФ-излучения с длиной волны 410 нм происходит изменение процесса сублимации молекул. На поверхности образуются центры с повышенной скоростью десорбции, а после 24 ч наблюдается формирование центров торможения с размерами 1 мкм в поперечном сечении и высотой порядка 400 нм. Сильное отличие может иметь две причины: 1) в присутствии УФ на поверхности и в объеме антрацена может происходить фото-химическая реакция с образованием димеров антрацена; 2) УФ-излучение является источником тепловой энергии.

В результате проведенных исследований было установлено, что внешнее УФ-излучение приводит к существенному изменению поверхностных процессов при отжиге кристаллов антрацена. При отсутствии внешнего освещения наблюдается послойно-островковый механизм растворения. Также установлено, что появление центров торможения вызвано димеризацией антрацена на поверхности кристаллов. С помощью измерения ИК-спектров установлено отсутствие оксидов антрацена.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Laudise R.A. et al.* Physical vapor growth of organic semiconductors // *J. Crystal Growth.* – 1998. – V. 187. – No. 3–4. – P. 449–454.
2. *Sinha N. et al.* Enhancement in semiconducting and optical properties in doped anthracene micro crystals // *Physica B: Condensed Matter.* – 2015. – V. 470. – P. 15–20.
3. *Katoh R. et al.* Fluorescence quantum yield of aromatic hydrocarbon crystals // *J. Physical Chemistry C.* – 2009. – V. 113. – No. 7. – P. 2961–2965.
4. *Siddiqi M.A., Siddiqui R.A., Atakan B.* Thermal stability, sublimation pressures, and diffusion coefficients of anthracene, pyrene, and some metal β -diketonates // *J. Chemical & Engineering Data.* – 2009. – V. 54. – No. 10. – P. 2795–2802.
5. *Crisp G.M., Walmsley S.H.* Slip planes crystal growth and the photodimerisation of anthracene // *Chemical Physics.* – 1982. – V. 68. – No. 1–2. – P. 213–222.

Терещенко Евгений Васильевич, аспирант; Tereshenko522@yandex.ru

Измерение критической толщины при синтезе квантовых точек Ge на Si (111) методом МЛЭ

А.Ю. Третьяков, В.В. Дирко

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

С развитием электроники вырос интерес и к нанотехнологиям. К ним относятся и низкоразмерные квантовые системы (НКС). Интерес обусловлен возможностью применения физических эффектов, обнаруженных в данных системах, для создания более производительной и новой полупроводниковой электроники. В этих НКС возникают новые эффекты, которые позволяют создать новые нульмерные объекты – квантовые точки (КТ). КТ способны заменять множество полупроводниковых элементов, таких, как одноэлектронные транзисторы или преобразователи и др.

Из существующих методов создания наногетероструктур выделяются жидкофазная, газофазная и молекулярно-лучевая эпитаксии. Как наиболее перспективную технологию по напылению эпитаксиальных квантовых точек, выделяют молекулярно-лучевую эпитаксию (МЛЭ). В МЛЭ при формировании нульмерных объектов может наблюдаться режим самоорганизации КТ, характерный для механизма роста Странского – Крастанова. Данный режим реализуется вследствие рассогласования постоянных решеток напыляемого материала и подложки. Так, при напылении германия на кремний на первых этапах реализуется послойный рост, повторяющий структуру подложки. При достижении некоторой критической толщины происходит переход от 2D- к 3D-росту. Для получения требуемых параметров КТ необходима отработка основных ростовых параметров. Одним из основных ростовых параметров является температура подложки.

В работе проводился синтез германия на кремний при различных температурах кремниевой подложки, в диапазоне температур от 250 до 700 °С. Для контроля роста структуры использовался метод дифракции быстрых электронов (ДБЭ). Данный метод позволяет анализировать состояние поверхности подложки в процессе роста по характерным дифракционным картинам на люминесцентном экране [1]. Как уже было сказано, температура подложки является одним из основных ростовых параметров, поэтому перед экспериментом происходит калибровка нагревательного элемента с помощью высокоточного пирометра IMPAC IS 50-LO. В эксперименте происходило напыление Ge на подложку Si(111). Полученные дифракционные картины регистрировались камерой и, далее, обрабатывались с по-

мощью специального программного обеспечения. Работы проводились на установке «Катунь – 100».

По результатам работы была определена критическая толщина напряженного гетероэпитаксиального слоя германия, соответствующая началу перехода от послойного роста к островковому.

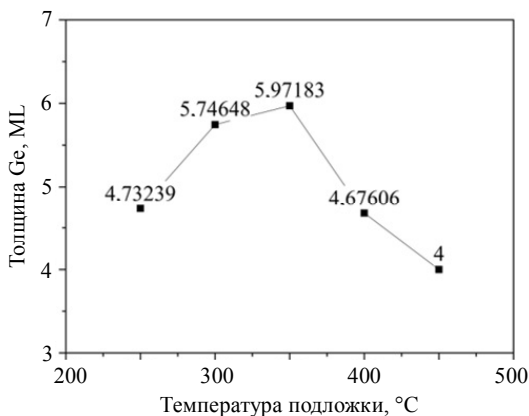


Рис. 1. Зависимость критической толщины эпитаксиального слоя германия от температуры кремниевой подложки

Из полученных данных видно, что максимум критической толщины эпитаксиальной двумерной пленки приходится на температуру подложки 350 °C, после чего на люминесцентном экране наблюдались картины, соответствующие островковому росту германия. При температуре выше 450 °C переход к трехмерному росту не определяется методом ДБЭ. В случае с напылением Ge на Si (100), графики существенно отличаются, что требует отдельного исследования.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Lozovoy K.A., Korotaev A.G. Kokhanenko A.P., et al. Kinetics of epitaxial formation of nanostructures by Frank–van der Merwe Volmer–Weber and Stranski–Krastanow growth modes // Surface and Coatings Technology. – 2020. – V. 384. – P. 125289 (1–5).*

Третьяков Александр Юрьевич, студент; Aleksandr-tretya@mail.ru
Дирко Владимир Владиславович, аспирант; dirko@mail.tsu.ru

Измерение временной динамики релаксации носителей заряда в кристаллах GaAs и GaSe методом «накачка – зонд»

М.Г. Фомин, Р.А. Редькин

Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Для работы полупроводниковых приборов важно знать параметры неравновесных носителей заряда, в частности время жизни. Например, для арсенид-галлиевых фотопроводящих дипольных антенн или фотомиксеров [1–3] необходимо малое время жизни 200–500 фс [2, 3], а для арсенид-галлиевых детекторов рентгеновского излучения необходимы полупроводниковые структуры с большим временем жизни носителей заряда, порядка 100 нс [4–7].

В настоящей работе исследование временной динамики релаксации носителей заряда в структурах GaAs и GaSe проводилось с использованием терагерцевой pump – probe («накачка – зонд») спектроскопии (рис. 1).

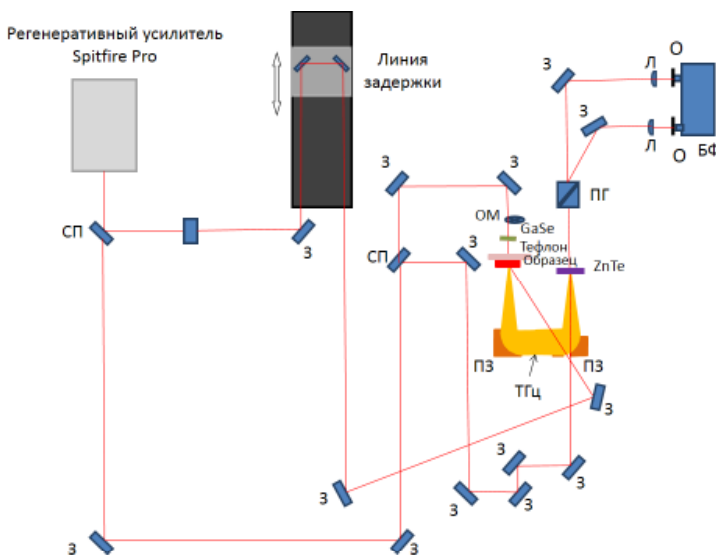


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: ЛЗ – линия задержки, З – зеркало, Л – линза, ПЗ – параболическое зеркало, ПГ – призма Глана, О – ослабитель, $\lambda/4$ – четвертьволновая пластинка, БФД – балансные фотодиоды, ОМ – опико-механический модулятор

Регенеративный усилитель Spitfire Pro XP генерирует лазерный импульс длительностью 35 фс, энергией 3.5 мДж и центральной длиной волны 791 нм. Лазерный импульс проходит через светоделительную пластину СП, в результате чего разделяется на два импульса одинаковой энергии. Один из них используется для возбуждения неравновесных носителей заряда в исследуемом образце (импульс накачки). Вторым импульсом делится еще на два импульса: импульс, использующийся для генерации терагерцового излучения (97 % интенсивности), и зондирующий импульс (3 % интенсивности). Импульс накачки, проходя механический модулятор, попадает на кристалл GaSe, в котором за счет оптического выпрямления генерируется терагерцовый импульс. Оставшаяся часть импульса, не преобразованная в терагерцовое излучение, улавливается тефлоновым фильтром, прозрачным для терагерцового излучения. Генерируемое терагерцовое излучение попадает на исследуемый образец. Также на исследуемый образец попадает импульс накачки, прошедший линию задержки, положением которой регулируется разность моментов прихода импульса накачки и терагерцового излучения на образец. В зависимости от этой разности терагерцовое излучение претерпевает изменение интенсивности в различной степени. Далее терагерцовый импульс попадает на электрооптический кристалл ZnTe. Электромагнитное поле терагерцового излучения вызывает изменение свойств кристалла-детектора, тем самым изменяя степень поляризации зондирующего импульса, проходящего через данный электрооптический кристалл. При помощи четвертьволновой пластинки и призмы Глана зондирующий импульс раскладывается на две составляющие с ортогональными поляризациями, которые приходят на фотодиоды балансного приемника. Сигнал, напряжение которого пропорционально разности интенсивностей составляющих зондирующего импульса с ортогональными поляризациями, регистрируется фазочувствительным синхронным детектором, подключенным к оптико-механическому модулятору.

Расчет концентрации неравновесных носителей заряда с использованием относительного дифференциального пропускания $\Delta T / T_0$ проводился по формуле

$$n(t) = \frac{N+1}{Z_0 e \delta \mu} \left(\frac{1}{1 - |\Delta T / T_0|} - 1 \right),$$

где $N = 3.4$ – показатель преломления GaAs в терагерцовом диапазоне частот; $Z_0 = 377$ Ом – импеданс свободного пространства; $\delta = 1$ мкм – глубина проникновения импульса накачки; μ – подвижность носителей, T_0 – коэффициент пропускания в терагерцовом диапазоне частот при отсутствии фотовозбуждения. В расчетах пренебрегли возможной зависимостью под-

вижности носителей заряда от температуры или уровня инжекции. Аппроксимация полученных данных (рис. 2) проводилась по формуле

$$\Delta n(t) = \Delta n_0 e^{(-t/\tau)}.$$

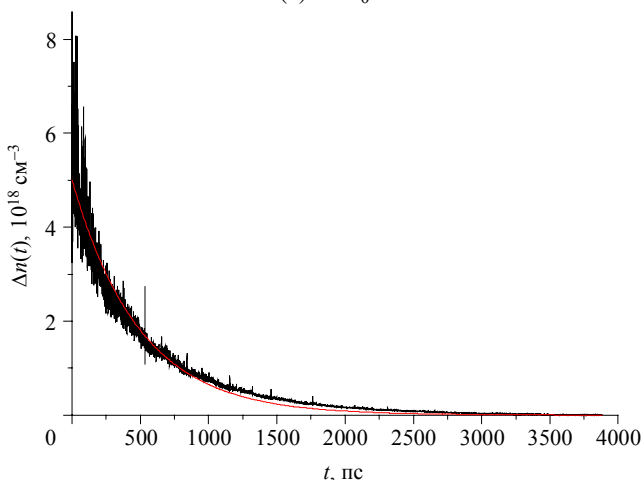


Рис. 2. Зависимость концентрации неравновесных носителей заряда в GaAs от времени

В докладе будут представлены результаты исследования для образцов GaAs и GaSe.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Sarkisov S.Yu., Safiullin F.D., Skakunov M.S., et al.* // Russ. Phys. J. – 2013. – V. 53. – P. 890–898.
2. *Zhang W.-D., Middendorff J.R., Brown E.R.* // Appl. Phys. Lett. – 2015. – V. 106. – P. 021119.
3. *Desmukh P., Mendez-Aller M., Singh A., et al.* // Opt. Lett. – 2015. – V. 40. – P. 4540–4543.
4. *Budnitskii D.L., Novikov V.A., Tolbanov O.P., Prudaev I.A.* // Russ. Phys. J. – 2008. – V. 51. – P. 531–535.
5. *Shi Y., Zhou Q., Zhang C., Jin B.* // Appl. Phys. Lett. – 2008. – V. 93. – P. 121115.

Фомин Марк Геннадьевич, студент-бакалавр кафедры физики полупроводников ФФ ТГУ; fominmark128@gmail.com

Редькин Руслан Александрович, мл. науч. сотр. лаборатории оптических структур и прикладной фотоники центра исследований и разработок «Перспективные технологии в микроэлектронике» ТГУ, аспирант кафедры полупроводниковой электроники РФФ ТГУ; redkin@mail.tsu.ru

Солнечно-слепые детекторы УФ-диапазона

А.В. Цымбалов, В.М. Калыгина

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

В последние годы оксид галлия привлекает внимание разработчиков электронной аппаратуры, так как он является многообещающим материалом для создания фотодетекторов среднего диапазона ультрафиолетового излучения, высоковольтных устройств различного назначения, газовых сенсоров и т.д. Существует пять полиморфных фаз Ga_2O_3 : α -, β -, γ -, δ -, ϵ -фазы. Из всех пяти фаз α - и β -фазы обладают рядом достоинств: высокая температура плавления, большая ширина запрещенной зоны (4.7–5.1 эВ), химическая стойкость, прозрачность около 90 % во всем видимом диапазоне длин волн.

В данной работе рассматриваются некоторые свойства резистивных детекторов УФ-излучения на основе пленок β - Ga_2O_3 . Из литературы известно, что такие структуры имеют большой отклик, малую барьерную емкость и высокое быстродействие [1–4].

На сегодняшний день актуальность экологии Земли встает на первый план из-за таяния ледников в северных частях планеты. Такие датчики позволяют судить о состоянии озонового слоя по интенсивности падающего излучения ультрафиолетового диапазона. Спектр горения ракетного топлива включает составляющие, которые относятся к ультрафиолетовому диапазону, поэтому данные детекторы могут использоваться в военно-промышленном комплексе для создания систем ПВО. В гражданской сфере сенсоры на основе оксида галлия можно использовать для регистрации возгораний. Достоинством таких структур являются относительные простота и дешевизна изготовления. В работе показано влияние топологии электродов на фотоэлектрические характеристики резистивных детекторов УФ-излучения.

Пленки оксида галлия наносили магнетронным распылением мишени Ga_2O_3 (99.999 %) на ненагретые сапфировые подложки в установке AUTO-500 в газовой смеси Ar/O_2 . Концентрация кислорода в смеси поддерживалась на уровне (56.1 ± 0.5) об.%. Расстояние между мишенью и подложкой составляло 70 мм. Давление в камере при осаждении составляло $7 \cdot 10^{-6}$ бар. После осаждения оксидной пленки, подложку делили на две части. Одну часть оставили без отжига, а вторую часть подложки отжигали в аргоне в течение 30 мин при температуре 900 °С. На последнем этапе на поверхности пленки оксида галлия с помощью фотолитографии формировали

V/Ni-электроды. В образцах первого типа наносили два параллельно расположенных электрода на расстоянии 250 мкм. В образцах второго типа использовали встречно-штырьевые электроды с расстоянием 30 мкм.

Электрические и фотоэлектрические характеристики образцов измеряли с помощью источника-измерителя Keithley 2611. В качестве источника УФ использовали KrF-лампу с длиной волны $\lambda = 254$ нм.

На рис. 1 представлены вольт-амперные характеристики (ВАХ) детекторов первого типа после отжига в аргоне, измеренные без (I_D) и при воздействии УФ-излучения (I_L).

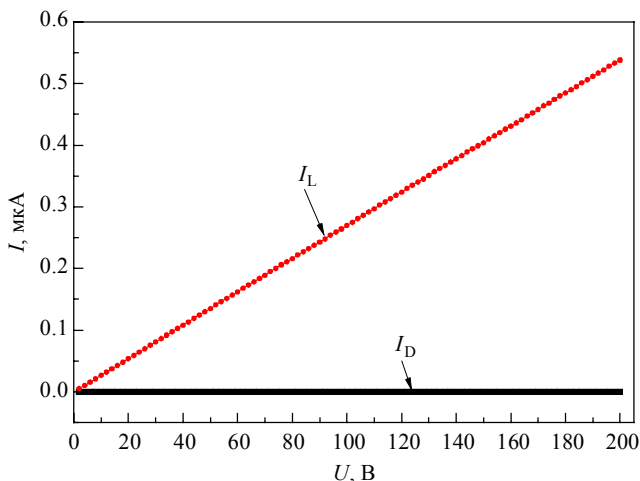


Рис. 1. ВАХ для детекторов первого типа (I_L – фототок при облучении длиной волны 254 нм, I_D – темновой ток)

При напряжении 200 В темновой ток I_D не превышает $3.7 \cdot 10^{-10}$ А. Во время включения УФ ток увеличивается на 2–3 порядка.

На рис. 2 представлены ВАХ для неотожженного (а) и отожженного (б) образцов со встречно-штырьевыми электродами. Из них видно, что фототок значительно возрос, особенно для пленки, не подверженной отжигу. Так, для неотожженной и отожженной пленок темновой ток при напряжении 200 В составляет 1 нА и 460 пА соответственно, а фототок достигает значений 33 мкА и 680 мкА. Значительное увеличение фототока у образцов второго типа относительно образцов первого типа объясняется увеличением коэффициента лавинного умножения носителей заряда за счет повышения напряженности поля между электродами.

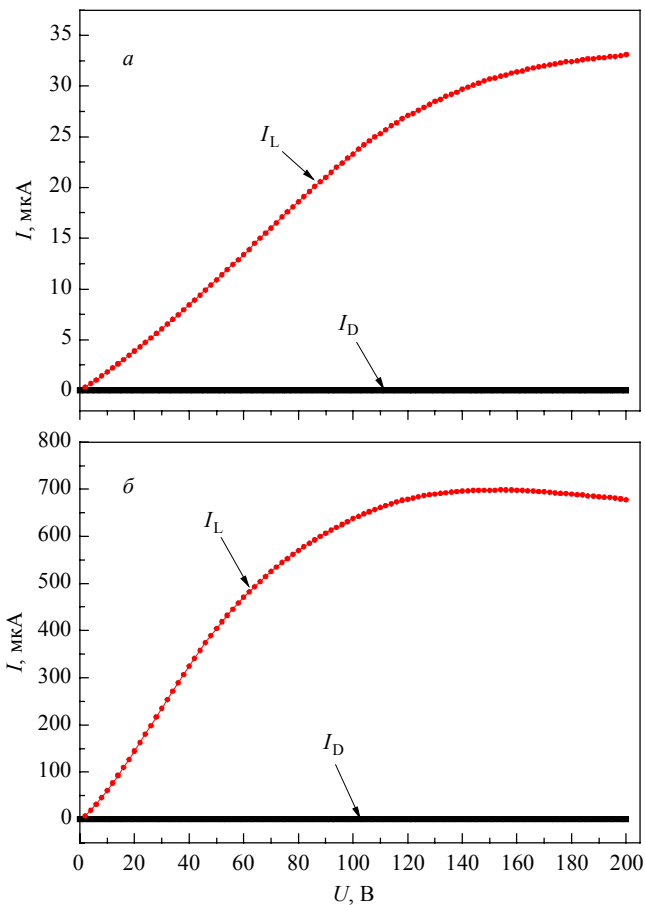


Рис. 2. ВАХ для детекторов со встречно-штырьевыми электродами без отжига (а) и с отжигом (б) в аргоне (I_L – фототок при облучении длиной волны 254 нм, I_D – темновой ток)

В итоге можно сказать, что отжиг пленки в кислородно-аргоновой плазме увеличивает фототок. Нанесение встречно-штырьевых электродов на поверхность образцов заметно повышает I_L детекторов, оставляя I_D на прежнем уровне. Образцы второго типа имеют участки насыщения на вольт-амперных характеристиках для фототоков.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Guo D., Qin X., Lv M., et al.* Decrease of oxygen vacancy by Zn-doped for improving solar-blind photoelectric performance in β -Ga₂O₃ thin films // *Electronic Materials Letters*. – 2017. – V. 13. – P. 483–488.
2. *Qin Y., Long S., Dong H., et al.* Review of deep ultraviolet photodetector based on gallium oxide // *Chinese Physics*. – 2019. – V. 28. – No. 1.
3. *Wang X., Chen Z., Guo D., et al.* Optimizing the performance of a β -Ga₂O₃ solar-blind UV photodetector by compromising between photoabsorption and electric field distribution. *Optical Materials Express*. – 2018. – V. 8. – P. 2918–2927.
4. *Qian L., Wu Z., Zhang Y., et al.* Ultrahigh-Responsivity, Rapid-Recovery, Solar-Blind Photodetector Based on Highly Nonstoichiometric Amorphous Gallium Oxide // *ACS Photonics*. – 2017. – V. 4. – P. 2203–2211.

Цымбалов Александр Вячеславович, студент; zoldmine@gmail.com

Калыгина Вера Михайловна, к.ф.-м.н., доцент; kalygina@ngs.ru

Влияние кислорода на газочувствительные свойства оксида галлия с различным содержанием хрома

Е.В. Чупрякова

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Интерес к исследованию влияния O_2 на свойства Ga_2O_3 обусловлен перспективой разработки сенсоров на основе этого материала для ряда практических задач: анализа состава выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания, контроля концентрации веществ в химической промышленности и металлургии, а также мониторинга потребления кислорода пациентами при общей анестезии [1]. В этой работе представлены результаты исследования газочувствительных свойств сенсоров на основе тонких пленок Ga_2O_3 с различным содержанием хрома в широком диапазоне концентраций кислорода и рабочих температур.

В качестве исследуемых образцов были выбраны 4 серии сенсоров (Ga_2O_3-Cr1 , Ga_2O_3-Cr2 , Ga_2O_3-Cr3 , Ga_2O_3-Cr4) на основе тонких пленок Ga_2O_3 с добавлением хрома, которые были получены методом ВЧ магнетронного распыления мишени оксида галлия (99.99 %) в кислородно-аргоновой плазме. Образцы отличаются между собой количеством введенной добавки. Для введения добавки на поверхности мишени помещали кусочки хрома.

Параметры, характеризующие разницу в получении серий образцов и характеристические размеры зерен и агломератов в пленках Ga_2O_3 с различным содержанием Cr

Серия	$S_s, \text{мм}^2$	$m_{Cr}, \text{мг}$	$\Delta m_{Cr}, \text{мг}$	$d_g, \text{нм}$	$D, \text{нм}$
Ga_2O_3-Cr1	122.5	13.9	0.3	40 – 95	200 – 325
Ga_2O_3-Cr2	224.7	19.9	0.5	24 – 83	270 – 370
Ga_2O_3-Cr3	183.8	26.4	0.3	36 – 68	295 – 425
Ga_2O_3-Cr4	140.0	39.7	0.3	42 – 90	270 – 400

Для измерения газочувствительных свойств в металлическую камеру объемом 600 см^3 помещалось два сенсора. Смесь азота и кислорода особой чистоты прокачивалась через эту камеру. Управление подаваемой концентрацией кислорода осуществляется с помощью генератора газовой смеси.

Во время измерений расход поддерживался на уровне $1800 \text{ см}^3/\text{мин}$. Измерение сопротивления датчиков в различных условиях проводилось с помощью источника Keithley 2636A (Keithley Instruments, США), характеризующегося высокой точностью. Приложенное напряжение составляло 5 В. Датчики нагревались с помощью источника постоянного тока. Для управления процессом измерения сопротивления пленок использовалась программа, разработанная в среде LabView.

Рельеф поверхности пленок представлен мелкими зернами, характеристический размер которых с увеличением $m_{0\text{Cr}}$ незначительно уменьшается, а также крупными агломератами, размер и поверхностная плотность которых возрастает с увеличением $m_{0\text{Cr}}$. Агломераты представляют собой конусообразные выпуклости на поверхности пленок, состоящие из мелких зерен. Стоит отметить, что поверхность пленок Ga_2O_3 без добавок характеризуется зернами с размерами 90 – 100 нм и отсутствием агломератов.

В качестве отклика сенсоров S использовалось отношение сопротивлений при заданном значении концентрации кислорода R_{O_2} и при прокачке через камеру азота.

Добавление хрома в состав оксида галлия приводит к возрастанию отклика на кислород при всех выбранных рабочих температурах. В отличие от чистого Ga_2O_3 пленки с добавлением хрома характеризуются низкотемпературным максимумом при $T = 400 - 450 \text{ }^\circ\text{C}$. Отклик на кислород имеет зависимость с максимумом от $m_{0\text{Cr}}$.

Помимо каталитической активности формируемый оксид хрома значительно повышает отклик за счет резкого возрастания неоднородности поверхности пленок Ga_2O_3 , в результате чего увеличивается поверхностная плотность центров адсорбции для кислорода. В атмосфере азота с увеличением $m_{0\text{Cr}}$ сопротивление образцов при фиксированной температуре снижается. В атмосфере воздуха с увеличением $m_{0\text{Cr}}$ сопротивление пленок Ga_2O_3 возрастает за счет повышения плотности хемосорбированного кислорода. Воздействие газа приводит к изменению высоты энергетического барьера на границе зерен Ga_2O_3 .

На рис. 1 представлена температурная зависимость отклика сенсоров на воздействие 100 % кислорода.

На рисунке видно, что для образцов $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr0}$ (без добавки хрома), $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr1}$ и $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr2}$ наибольший отклик наблюдается при температуре $600 \text{ }^\circ\text{C}$, для образца $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr3}$ – при $400 \text{ }^\circ\text{C}$, а для $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr4}$ – при $450 \text{ }^\circ\text{C}$. В этом случае можно сделать вывод, что наибольшей чувствительностью обладает образец $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr3}$.

При воздействии 44.5 % кислорода для образца $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr1}$ наибольший отклик наблюдается при температуре $600 \text{ }^\circ\text{C}$, а для образцов $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr2}$, $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr3}$, $\text{Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr4}$ – при температуре $450 \text{ }^\circ\text{C}$.

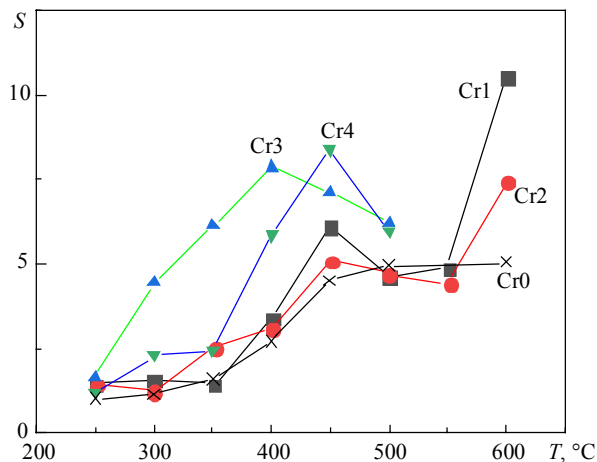


Рис. 1. Температурная зависимость отклика сенсоров на воздействие 100% O₂

Таким образом, в статье представлены результаты влияния кислорода на газочувствительные свойства тонких пленок оксида галлия с различным содержанием хрома. Получены температурные зависимости отклика сенсоров. При воздействии обеих концентраций наиболее хорошей чувствительностью обладают образцы Ga₂O₃-Cr₃.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Almaev A.V., Chernikov E.V., Davletkildiev N.A., Sokolov D.V.* Oxygen sensors based on gallium oxide thin films with addition of chromium // *Superlattices and Microstructures*. – 2020. – V. 139. – P. 1.

Чупрякова Екатерина Викторовна, студентка; kat_99-99@mail.ru

Усталостная прочность пористых СВС-TiNi-сплавов*

А.А. Шишелова, С.В. Гюнтер

*Национальный исследовательский
Томский государственный университет, г. Томск, Россия*

Пористые сплавы на основе никелида титана, полученные методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), успешно применяются в медицине благодаря бионертности поверхности и способности обратимо вязкоупруго деформироваться в условиях циклической знакопеременной нагрузки [1, 2]. Для клинического применения имплантатов из пористых СВС-TiNi-сплавов необходимы исследования выносливости при циклических нагрузках. Одним из методов испытания является трехточечный изгиб. Подобных исследований на пористых СВС-TiNi-сплавах крайне мало, в основном усталостное разрушение изучается с помощью циклического сжатия [3]. Целью работы является исследование на усталость пористых СВС-TiNi-пластин методом многоциклового трехточечного изгиба на воздухе и фратографический анализ поверхностей разрушения.

Для исследования пористый TiNi-сплав был получен методом СВС в режиме послойного горения в проточном реакторе в атмосфере аргона. Из цилиндрического образца электроэрозионной резкой были вырезаны 7 пластин с размерами $0.7 \times 7 \times 80$ мм. Пластины разрушали на испытательной машине методом циклического трехточечного изгиба на воздухе. Все образцы деформировали плунжером одновременно, фиксируя количество циклов нагрузки электромеханическим счетчиком. Поверхности разрушения пористых образцов в результате циклической нагрузки изучали, используя SEM-изображения, полученные на микроскопе Teskan Mira 3 LM.

Из 7 пористых пластин, подвергнутых испытаниям, разрушились два образца после 160000 и 283000 циклов. Остальные образцы успешно выдержали циклический прогиб 12 мм в течение 10^6 циклов (рис. 1). Таким образом, можно утверждать, что 70 % образцов достигли предела выносливости, который для различных материалов устанавливают на уровне $10^5 - 10^7$ циклов при нагрузке 0.7–0.5 от предела прочности.

Поверхность разрушения пористого каркаса содержит участки хрупкого и вязкого разрушения (рис. 2). Многочисленные неметаллические включения хрупко разрушились с образованием мелких плоских сколов. Вязкие зерна аустенита разорваны с образованием чашечного рельефа. Зерна аустенита ограничены гребнями разрушенной перитектической фазы.

* Работа выполнена в рамках проекта, поддержанного грантом РФФИ №18-12-00073.

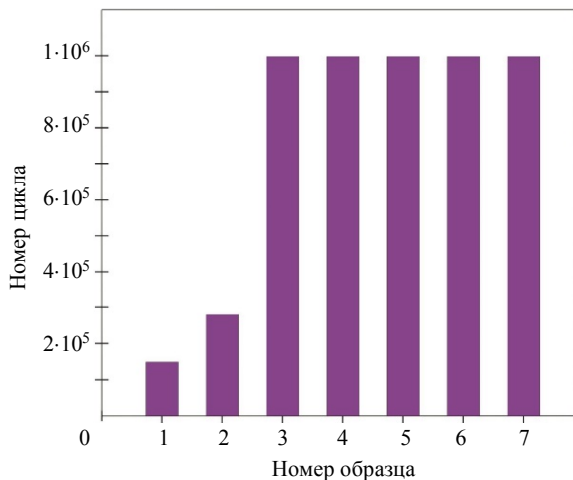


Рис. 1. Численное распределение циклов нагрузки по пористым образцам

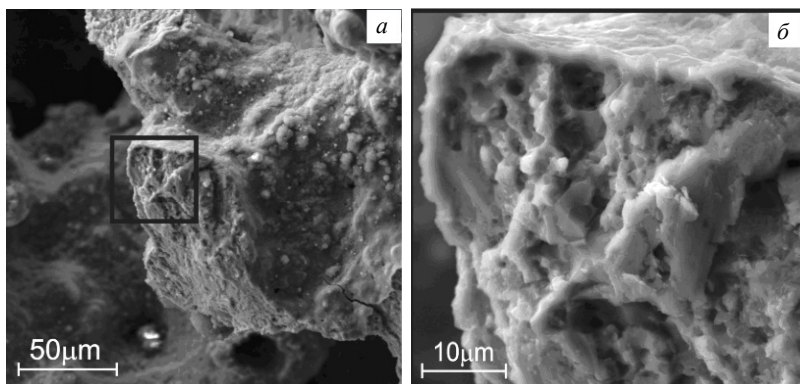


Рис. 2. Участок смешанного разрушения пористого каркаса:
a – общий вид участка; *б* – увеличенный фрагмент

На всех исследованных участках оболочка пористого каркаса разрушилась хрупко в виде выступающего бордюра с гладкой поверхностью скола (рис. 3). На участках квазихрупкого разрушения плоские фасетки хрупкого скола мартенсита, ограниченные вязкими гребнями остаточного аустенита, в совокупности образуют ручьиственный рельеф.

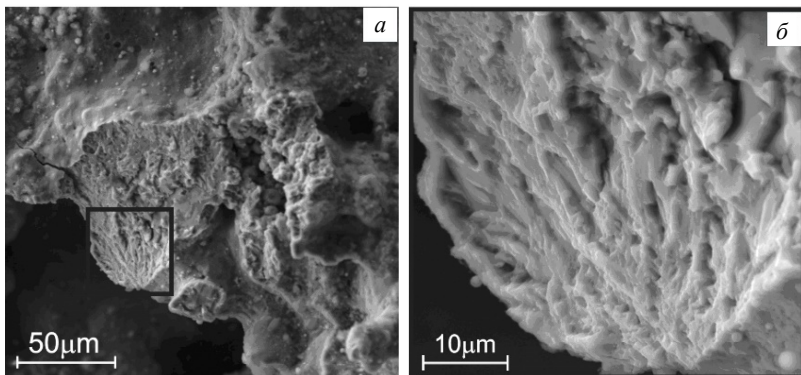


Рис. 3. Участок квазихрупкого разрушения пористого каркаса:
а – общий вид участка; *б* – увеличенный фрагмент

Таким образом, при испытаниях на усталость 70 % пористых образцов из сплава СВС-TiNi выдерживали $1 \cdot 10^6$ циклов деформации без разрушения. Установлено, что хрупкие фазы, такие как неметаллические включения и оболочка пористого каркаса, не снижают сопротивление пористого сплава СВС-TiNi усталости в условиях многоциклового нагрузки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Yasenchuk Y. et al.* Biocompatibility and clinical application of porous TiNi alloys made by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) // *Materials*. – 2019. – V. 12. – No. 15. – P. 2405.
2. *Gorbunova Y.A., Krivosheina O.I., Zapuskalov I.V.* Implant of porous titanium nickelde impregnated with autologous blood monocytes for the formation of orbital stump in the experiment // *Bulletin of Siberian Medicine*. – 2018. – V. 10. – No. 4. – P. 12–14.
3. *Sevilla P. et al.* Comparison of the mechanical properties between tantalum and nickel-titanium foams implant materials for bone ingrowth applications // *J. Alloys and Compounds*. – 2007. – V. 439. – No. 1-2. – P. 67–73.

Шиселова Арина Андреевна, студентка ТГУ, техник Лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ; arina.sh9906@gmail.com

Гюнтер Сергей Викторович, к.т.н., ст. науч. сотр. Лаборатории медицинских сплавов и имплантатов с памятью формы СФТИ ТГУ

ДЛЯ ЗАМЕТОК

Научное издание

ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА

**Сборник материалов
XVII Российской научной
студенческой конференции**

Томск, 18 мая 2018 г.

Редактор *Т.С. Портнова*

Дизайн, верстка *Д.В. Фортеса*

ООО «Издательство научно-технической литературы»
634050, Томск, ул. Студенческая, 4, тел. (3822) 53-10-35

Изд. лиц. ИД № 04000 от 12.02.2001. Подписано к печати 12.05.2020.
Формат 60 × 84 ¹/₁₆. Бумага офсетная. Печать офсетная. Гарнитура «Таймс».
Усл. п. л. 10.67. Уч.-изд. л. 11.98. Тираж 100 экз. Заказ № 10
