

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ

Д. Т. Завазиева, М. С. Сыртанов

Научный руководитель: ассистент кафедры Общей Физики М. С. Сыртанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: zavazievadarina@mail.ru

DETERMINATION OF THE NICKEL COATING THICKNESS BY X-RAY METHOD

D. T. Zavazieva, M. S. Syrtanov

Scientific Supervisor: assistant of General Physics department M. S. Syrtanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: zavazievadarina@mail.ru

Annotation: In this paper was presented the X-Ray diffraction method for determination of the nickel coating thickness. Nickel coating promotes rapid sorption of hydrogen and prevents formation of oxide film on the surface of metals and alloys. Non-destructive X-ray method allows to choose the optimal thickness of the nickel film.

Физико-химические и механические свойства металлов и сплавов во многом зависят от проникновения и накопления водорода [1]. Особенно актуальна эта проблема для циркониевых и титановых сплавов. Для проведения различных исследований требуется специальная подготовка образцов с учетом концентрации и распределения водорода по объему материала. При наводороживании сплавов важно учитывать возможность образования на поверхности образца оксидной пленки, что препятствует проникновению водорода. Нанесение на поверхность никелевого покрытия способствует увеличению скорости сорбции водорода. Более того, никель окисляется хуже титана и циркония, что содействует абсорбции водорода. Возможность определять толщину покрытия неразрушающим способом позволяет подобрать оптимальную толщину никелевого слоя.

Приборы, методы исследования. Для исследования были подготовлены плоские образцы циркониевого сплава Э110 размерами 20×20×0,6 мм. Образцы подверглись механической шлифовке для удаления поверхностных загрязнений. Нанесение никелевых покрытий осуществлялось методом магнетронного распыления на вакуумной установке «Яшма 5» при различном времени напыления. Время распыления варьировалось от 10 до 40 минут.

Анализ толщины полученных покрытий методом рентгеновской дифракции был осуществлен на дифрактометре Shimadzu XRD-7000S в геометрии скользящего падения. Глубина проникновения рентгеновского пучка варьировалась за счет изменения угла падения при асимметричном сканировании, схема которого показана на рисунке 1. Уменьшение угла падения проводилось до полного устранения сигнала от подложки.

Толщина покрытий оценивалась по соотношению:

$$h = (\ln(1 - R) \sin \alpha \sin(2\theta - \alpha)) / (\mu(\sin \alpha + \sin(2\theta - \alpha))), \quad (1)$$

где α – угол падения рентгеновских лучей, θ – брэгговский угол, μ – коэффициент линейного поглощения, R – доля излучения, отраженного слоем толщиной h . Для никелевого покрытия величину R приняли за 0,95 [2].

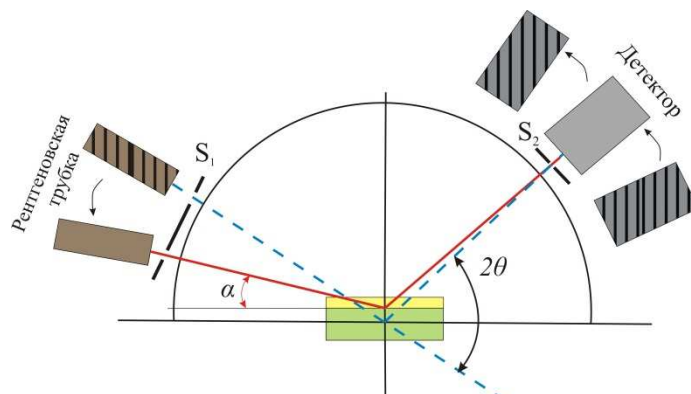


Рис. 1. Техника получения дифракционной картины для тонких пленок при симметричном измерении (синяя линия) и асимметричном (красная линия).

Для сравнения результатов и проверки их достоверности оценка толщины покрытий была проведена разрушающим методом. Анализ толщины проводился с помощью спектрометра тлеющего разряда GDProfiler 2.

Результаты и их обсуждение. При осуществлении метода рентгеновской дифракции измерения проводились согласно технике асимметричного сканирования, когда угол падения луча очень мал по отношению к поверхности образца [3]. Таким образом, удалось регулировать глубину проникновения лучей до нескольких мкм. В результате были подавлены дифракционные картины подложки. Величина падающего угла для различных толщин подбиралась путем его постепенного уменьшения до «исчезновения» сигналов циркония на дифрактограмме. На рисунке 2 показан принцип реализации асимметричного сканирования для определения толщины никелевого покрытия. Погрешность измерений не превышает 200 нм.

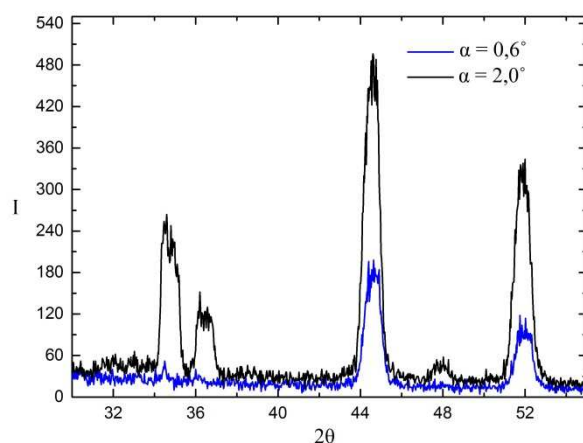


Рис. 2. Результаты сканирования образца с покрытием, нанесенным в течение 10 минут

Результаты анализа толщин покрытий методом рентгеновской дифрактометрии и профилей распределения по глубине представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Результаты определения толщин покрытий.

Название образца	Угол падения α , град.	Положение определяющего рефлекса 2θ , град.	Интенсивность, отн. ед.	Толщина покрытия (метод рентгеновской дифракции), Мкм	Толщина покрытия (расчет профилей распределения элементов по глубине), мкм
№2, 10 мин.	1,0	44,54	359,0	1,2	1,1
№3, 10 мин.	1,0	44,54	418,2	1,2	-
№1, 20 мин.	1,6	44,53	616,3	1,9	1,8
№2, 20 мин.	1,4	44,53	594,9	1,6	-
№3, 20 мин.	1,6	44,54	368,3	1,9	-
№1, 30 мин.	1,9	44,53	705,4	2,2	-
№2, 30 мин.	2,1	44,53	717,1	2,4	-
№3, 30 мин.	2,3	44,56	851,7	2,6	2,8
№1, 40 мин.	3,0	44,6	1298,0	3,4	3,5
№2, 40 мин.	3,2	44,61	1436,0	3,6	-

Из таблицы видно, что рентгеновский метод при используемых режимах напыления позволяет определять значения толщины покрытий в диапазоне от 1,2 мкм до 3,6 мкм. Более того, наблюдается корреляция между методами, что свидетельствует о достоверности полученных результатов.

Выводы. В результате проделанной работы была показана возможность определения толщины никелевых покрытий микронного порядка, нанесенных на циркониевый сплав Э110, методом рентгеновской дифрактометрии с использованием геометрии скользящего пучка. Установлена корреляционная зависимость между результатами расчета профилей распределения по глубине и методом рентгеновской дифрактометрии при ассиметричном сканировании.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Неразрушающие методы контроля водородного охрупчивания конструкционных материалов / И.П. Чернов [и др.] // Альтернативная энергетика и экология, 2009. - № 2. - С. 15-21.
2. Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. - Гос. Издательство физико-математической литературы, 1961. - 215 с.
3. Toru Mitsunaga X-ray thin-film measurement techniques. Out-of-plane diffraction measurements //Rigaku journal-2009.-Vol.25.-№1.-P.10-15.