

5. Следует выделить два критических поля, при которых происходит необратимая перестройка доменной структуры:

а) *поле коллапса*  $H_{col}$ , когда преобладает лапласовское натяжение искривленной доменной стенки; в поле коллапса исчезают ЦМД и убегают изолированные полосовые домены, наступает техническое насыщение пленки (210);

б) *поле эллиптической неустойчивости* НЦМД, поле  $H_2$ : на свободном конце (вершине) домена преобладает локальное размагничивающее поле и наступает необратимое резкое удлинение домена.

Авторы благодарны А. М. Балбашову (МЭИ) за предоставление образцов пленок с ориентацией (210).

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Ильичева Е. Н., Шишков А. Г., Клушина А. В. и др. // ЖТФ. 1993. 63, № 11. С. 143. [2] Кооу С., Епс У. // Philips Res. Reports. 1960. 15, N 1. P. 7. [3] Иванов Ю. В., Кандаурова Г. С. // Микроэлектроника. 1977. 6, № 3. С. 242. [4] Иванов Л. П., Логгинов А. С. и др. // Микроэлектроника. 1977. 6, № 2. С. 199. [5] Рандошкин В. В., Червоненкис А. Я. Прикладная магнитооптика. М., 1990.

Поступила в редакцию  
16.07.93

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1994. Т. 35, № 2

УДК 669.788:669.017.3

### ИЗМЕНЕНИЕ ДИФРАКЦИОННОЙ КАРТИНЫ ДЕФОРМИРОВАННЫХ И ОТОЖЖЕННЫХ СПЛАВОВ Pd—W (7 ат.% W) ПРИ НАВОДОРОЖИВАНИИ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ РЕЛАКСАЦИИ

А. А. Кацнельсон, И. В. Сухорукова, Г. П. Ревкевич

(кафедра физики твердого тела)

Изучено изменение дифракционной картины для сплавов Pd—W (7 ат.% W) после наводороживания, проводимого вслед за различной предварительной обработкой. Показано, что при наводороживании и последующей релаксации на воздухе при комнатной температуре в сплаве происходят структурные изменения, носящие осцилляционный характер: сначала, как правило, дифракционные максимумы расширяются, затем сужаются и вновь расширяются. Указано, что подобный характер структурных изменений может быть связан с особенностями взаимодействия водорода с дефектами в металлах. Этот процесс целесообразно рассматривать на основе синергетического подхода.

Особый характер взаимодействия водорода с палладием хорошо изучен, и именно поэтому палладий и его сплавы, способные поглощать большие количества водорода, являются удобным объектом для изучения различных аспектов проблемы «металл—водород». Ранее [1—3] было показано, что водород влияет на дефектную структуру палладия и тех твердых растворов на его основе, которые испытывают  $\alpha$ — $\beta$  фазовое превращение. Однако при сосуществовании двух твердых растворов внедрения водорода с существенно разными параметрами решетки изучить собственно влияние атомов водорода на дефектную структуру не представляется возможным.

Объектами для настоящего исследования могут служить материалы, которые, с одной стороны, поглощают водород в количестве, достаточном для возникновения в материалах структурных изменений, а с другой — не образуют  $\beta$ -фазу. К таким, в частности, относятся сплавы Pd—W при заметном количестве W. Целью данной работы было установление характера влияния водорода на дефектную структуру на примере сплава Pd—W (7 ат.% W).

## 1. Материал и методика эксперимента

а) Объекты исследования и методика их обработки. Изучались два образца сплава PdW, содержащего 7 ат. % W, которые изготавливались путем сплавления чистых (99,98%) компонентов в электродуговой печи в атмосфере аргона. Слитки подвергались гомогенизирующему отжигу при 900 °С в течение 24 ч в вакууме порядка 10 мм рт. ст. Образцы имели форму дисков. Поверхность каждого образца шлифовалась и полировалась до зеркального блеска. Изучались именно эти отполированные поверхности. Один из образцов отжигался при температуре 500 °С в течение 2 ч. Насыщение образцов водородом проводилось электролитическим способом (электролит—4%-й водный раствор NaF). Плотность тока менялась от 40 до 80 мА/см<sup>2</sup>, время насыщения — от 15 до 30 мин.

б) Методика измерения интенсивности рассеяния. Измерения интенсивности и положения рентгеновских дифракционных максимумов проводились на дифрактометре ДРОН-УМ-1 на монохроматизированном  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении. Интенсивность рассеяния регистрировалась в режиме автоматической записи с помощью самопишущего прибора «Endim 62102». Скорость движения счетчика 1/16 град/мин. Ширина щели перед счетчиком 0,25 мм. Измерения интенсивности проводились непосредственно после наводороживания и по мере вылеживания наводороженных образцов на воздухе при комнатной температуре.

в) Методика анализа формы дифракционных максимумов. Дифракционная линия, полученная на  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении, представляет собой дублет. Составляющие его линии имеют одинаковую форму, но сдвинуты относительно друг друга на расстояние  $\delta$ , и интенсивности их отличаются в два раза. Полная аппроксимирующая кривая задается выражением

$$F(x) = f(x) + 0,5f(x - \delta),$$

где  $f(x)$  — пробная функция. В качестве пробных функций, описывающих дифракционный максимум, использовались гауссова ( $\exp\{-ax^2\}$ ), лоренцева (Коши)  $(1+kx^2)$  и лоренц-квадрат функция  $(1+jx^2)^2$ . Согласно теории рассеяния, изложенной в [4], наиболее достоверно описать аналитически можно центральную часть дифракционного максимума. Поэтому параметры функции  $f(x)$  подбирались сначала так, чтобы наилучшим образом описывать именно эту часть максимума. После этого строилась вся кривая (вместе с «хвостами»), определялись среднеквадратичные отклонения между рассчитанными и экспериментальными кривыми ( $\epsilon^2$ ), и за наилучший принимался тот тип функции и такие ее параметры, которые приводили к наименьшему значению  $\epsilon^2$ . В результате оказалось, что дифракционные максимумы экспериментальной кривой довольно хорошо описываются лоренцевой функцией вида  $(1+kx^2)$ . В дальнейшем именно функции такого типа использовались в качестве аппроксимирующих. Полученные из подобных расчетов значения  $k$  позволяли определить интегральную ширину дифракционных максимумов. Подчеркнем, что эта величина не поправлена на инструментальную ширину.

## 2. Результаты эксперимента

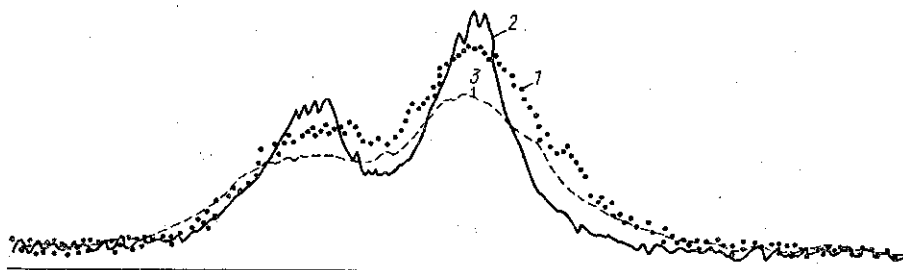
Дифракционная картина для исследуемых образцов фиксировалась в исходных (после деформации или отжига) состояниях и на различных стадиях циклов «наводороживание+вылеживание» при комнат-

ной температуре на воздухе. Было проведено пять циклов (два после деформации и три после отжига).

Полученные данные об изменении квадрата ширины дифракционных максимумов (400) ( $B^2$ ) в зависимости от обработки сведены в таблицу, а также представлены на рисунке, позволяющем оценить из-

Квадрат ширины дифракционных максимумов (400),  $B^2 = \pi^2/k$ , град<sup>2</sup>

Состояние образца	Время вылеживания (в часах)	Образец № 1	Образец № 2
Деформированный Отожженный 1-е наводороживание ( $J = 40 \text{ мА/см}^2$ , 15 мин)		0,689	0,535
		—	0,223
		0,796	0,340
	24	0,776	0,425
	48	—	0,278
	140	0,776	—
2-е наводороживание ( $J = 80 \text{ мА/см}^2$ , 15 мин)	240	0,764	—
	430	—	0,402
		0,796	0,336
	24	0,776	0,140
	48	0,776	—
	72	—	0,336
3-е наводороживание ( $J = 80 \text{ мА/см}^2$ , 30 мин)	170	0,776	—
	700	—	0,402
	1200	0,764	—
	3500	0,780	—
		—	0,535
	24	—	0,535
	170	—	0,418
	800	—	0,472
	2500	—	0,518



Дифракционная картина сплава PdW: после наводороживания (1), после вылеживания в течение 24 ч (2) и после длительного вылеживания (700 ч) (3)

менение профиля максимумов. Кроме того, были получены данные об изменении их интенсивности.

Общий результат состоит в том, что наводороживание вызывает сначала расширение дифракционных максимумов, сменяющееся их сужением, а затем вновь расширением. Эта картина более ярко проявляется на предварительно отожженном образце. Для этого образца суммарный эффект изменения полной ширины линии (400) при наводороживании и последующем вылеживании в ряде случаев достигает

50%. Показательны также изменения профиля этого дублета, наиболее характерные на некоторых стадиях релаксации. Так, на рисунке представлены экспериментальные профили максимума (400) после наводороживания (1) и вылеживания в течение 24 (2) и 700 ч (3). Видно, что при вылеживании в течение 24 ч компоненты дублета этого максимума становятся более расщепленными, а «провал» между ними более глубоким. При дальнейшем вылеживании происходит явное уменьшение глубины «провала».

Отметим, что ширина компонент дублета, полученного после 24 ч вылеживания (см. таблицу, 2-е наводороживание), оказалась меньше, чем после отжига сплава Pd—W (7 ат. % W), хотя и несколько больше, чем для отожженного чистого Pd. Поскольку скорость осциллиющей ширины максимумов, по-видимому, может зависеть от ряда факторов (тип, концентрация и распределение дефектов в образце, количество поглощенного водорода и т. д.), то не исключено, что из-за особенностей эксперимента пропущено расширение максимума непосредственно после второго наводороживания.

Обнаружены также изменения интенсивности дифракционных максимумов. Так, интегральная интенсивность рефлекса (200) деформированного сплава после наводороживания выросла на 15—20%, а (400) — уменьшилась на 10%. Ширина максимума (400) в этом случае выросла на 8—10%.

### 3. Обсуждение результатов

Наиболее отчетливо при наводороживании и последующей релаксации изменяются ширина и профиль дифракционных максимумов.

Как известно, возможны два основных фактора, вызывающие уширение дифракционных максимумов: малый размер (мелкодисперсность) областей когерентного рассеяния и наличие в кристаллах дефектов II класса. Очевидно, что расширение дифракционных максимумов при наводороживании может быть связано с любым из указанных факторов.

При этом одновременное повышение интенсивности максимумов после деформации и обнаруженные небольшие колебания интенсивности рефлексов на разных стадиях циклирования указывают на то, что более реалистичной является связь обнаруженных явлений с появлением при наводороживании в образцах дефектов не только II, но и I класса.

Для описания сужения, а затем расширения дифракционных максимумов при дегазации могут быть предложены различные схемы.

Согласно одной из них, сужение дифракционных максимумов обусловлено упорядочением дефектов II класса при взаимодействии с водородом (сужение в этом случае может быть связано с тем, что вместо спектра сателлитов, образующих «подошву линии», при упорядочении возникает несколько сателлитов, которые при достаточном расстоянии между дефектами будут «спрятаны» в самой дифракционной линии), а последующее расширение обусловлено либо разупорядочением дефектов после ухода водорода, либо возникновением новых дефектов II класса при выходе водорода.

Более правдоподобным является иной сценарий, суть которого состоит в том, что после наводороживания, приводящего к возникновению дефектов II класса, водород устремляется в эти дефекты и их в основном «залечивает». Именно это обстоятельство приводит к сужению дифракционных максимумов. Последующее расширение дифракционных максимумов связано с уходом водорода из дефектных мест и

«восстановлением» дефектов. Очевидно, что поглощение водорода дефектами может происходить и непосредственно в процессе наводороживания. Поэтому, вообще говоря, при наводороживании возможно не только расширение, но и сужение дифракционных максимумов. С рассматриваемым здесь сценарием согласуется и тот факт, что наблюдаемая картина более отчетливо видна в отожженном сплаве, в котором исходное количество дефектов заметно меньше, чем в деформированном. Дело в том, что поглощаемое количество водорода недостаточно для залечивания большинства дефектов деформированного сплава.

Для подтверждения того или иного сценария необходимы дальнейшие экспериментальные и теоретические исследования. Однако ясно, что оба сценария и возможные другие связаны с самоорганизацией системы водород—дефект в сплавах Pd—W при стремлении к равновесию и могут быть рассмотрены на основе синергетического подхода. Поскольку некоторое количество водорода в палладии возможно и в равновесии, то нельзя исключить и то, что обнаруженные в работе явления связаны не с уходом водорода из палладия, а с его перераспределением, происходящим одновременно с перераспределением дефектов. Существование подобных явлений может быть установлено и при изучении временной зависимости структурных изменений при релаксации после других возмущающих обработок.

В заключение следует добавить, что осцилляционные изменения структурных характеристик наблюдались и ранее, например при установлении ближнего порядка после деформации [5—8]. По-видимому, эти эффекты могут быть также объяснены в синергетической модели, и было бы весьма интересным проведение нового цикла исследований изменения ближнего порядка после различных обработок. Весьма вероятно, что осцилляционное поведение кинетических характеристик является общей чертой процессов установления равновесия. Укажем также, что рассматриваемая выше осцилляционная картина структурных изменений нами выявлена и для других сплавов Pd—W.

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Ревкевич Г. П., Кацнельсон А. А., Свешников С. В. и др. Деп. ВИНТИ № 6658-B87. М., 1987. [2] Ревкевич Г. П., Кацнельсон А. А., Христов В. // Металлофизика. 1989. 11, № 3. С. 57. [3] Ревкевич Г. П., Кацнельсон А. А., Христов В. и др. Деп. ВИНТИ № 6659-B87. М., 1987. [4] Кривоглаз М. А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. М., 1967; Кривоглаз М. А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. Киев, 1983. [5] Дажаяев П. Ш., Кацнельсон А. А. // ФММ. 1970. 30. С. 663. [6] Кацнельсон А. А. // Изв. вузов. Физика. 1971. № 10. С. 17. [7] Иверонова В. И., Кацнельсон А. А., Кондратьева М. Д., Ревкевич Г. П. // ФММ. 1973. 35. С. 355. [8] Иверонова В. И., Кацнельсон А. А., Ревкевич Г. П. // ФММ. 1968. 26. С. 1064.

Поступила в редакцию  
07.07.93

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1994. Т. 35, № 2

УДК 539.22:531

#### МЕХАНИЧЕСКИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ГЕТЕРОЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНКАХ $A^4B^6$

Ю. В. Кочетков, В. Н. Никифоров, О. Н. Васильева, А. М. Гаськов  
(кафедра физики низких температур)

Исследовано возникновение анизотропных механических напряжений в пленках на основе полупроводниковых соединений  $A^4B^6$ . Показано, что переходный слой, образованный взаимной диффузией элементов пленки и подложки, является причиной формирования сетки дислокаций несоответствия.