

Осаждение кремний-углеродных покрытий из плазмы несамостоятельного дугового разряда с накальным катодом

© А.С. Гренадеров,¹ К.В. Оскомов,¹ А.А. Соловьев,² С.В. Работкин¹

¹ Институт сильноточной электроники СО РАН,
634055 Томск, Россия

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
634055 Томск, Россия
email: 1711Sasha@mail.ru

(Поступило в Редакцию 2 сентября 2015 г.)

Гидрогенизированный аморфный углерод, легированный оксидом кремния (a -C:H:Si:O), используемый нами термин — кремний-углеродные покрытия, представляет собой тонкие аморфные пленки, применяемые в качестве твердых смазочных материалов для промышленного применения благодаря повышенной стабильности в экстремальных условиях окружающей среды по сравнению с аморфным гидрогенизированным углеродом. В настоящей работе рассматривается нанесение кремний-углеродных покрытий, осаждаемых из плазмы дугового несамостоятельного разряда с накальным катодом. Кремний-углеродные покрытия осаждались с использованием прекурсора полифенилметилсилоксана при расходе 0.05 ml/min в среде аргона при давлении 0.1 Па. Высокочастотный (ВЧ) источник питания использовался для подачи ВЧ-напряжения смещения на подложку во время осаждения. После осаждения исследовались механические свойства покрытия. Максимальная твердость покрытия составила 20 GPa при минимальном коэффициенте трения 0.16 и степени износа $1.3 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$. Энергодисперсионный анализ показал, что в покрытии содержится существенная часть углерода и кислорода (около 80% и 15% соответственно) и незначительная часть кремния (около 5%).

Введение

В последнее время проблемы повышения надежности отдельных деталей механизмов, машин и износостойкости рабочего инструмента приобрели большое значение. Это связано с тем, что стоимость сырья и материалов специального назначения, необходимых для создания деталей механизмов и машин с высоким ресурсом работы, достаточно высокая. Энергоемкие технологические процессы обработки деталей требуют создания технологий, позволяющих повысить износостойкость рабочего инструмента. В связи с этим проблемы создания эффективных технологий упрочнения рабочих поверхностей деталей механизмов, машин и повышения износостойкости инструмента являются актуальными [1].

На сегодняшний день большой интерес представляют алмазоподобные углеродные покрытия (a -C:H), применяемые в машиностроении и других отраслях промышленности, где требуется увеличить прочность инструмента и деталей машин, свести к минимуму коэффициент трения на взаимно-трущихся поверхностях. В свете их выдающихся трибологических свойств, а именно низкого коэффициента трения (0.1–0.2) в сочетании с высокой износостойкостью и твердостью (около 15–17 GPa) a -C:H пленки используются в качестве защитных покрытий режущих инструментов, жестких дисков, двигателей внутреннего сгорания, микро-электромеханических систем (МЭМС), а также для увеличения срока службы деталей, работающих при сверлении, фрезеровании, вырубке, прокатке, экструзии и там, где требуется защитить поверхность от износа и

истирания, увеличить твердость поверхности детали и снизить коэффициент трения [2].

Несмотря на свои уникальные триботехнические свойства, алмазоподобные углеродные покрытия обладают некоторыми серьезными недостатками. Из-за высоких внутренних напряжений (до 6 GPa) невозможно получать покрытия толщиной более 5 μm , так как высокие внутренние напряжения при недостаточной адгезии покрытия вызывают его отслоение [3]. Также алмазоподобные углеродные покрытия имеют высокий коэффициент трения во влажных средах и низкую твердость при воздействии высоких температур (более 250°C) [4]. Эти недостатки существенно ограничивают область применения данных покрытий.

Существует ряд методов, которые позволяют осаждавать подобного рода покрытия: магнетронное распыление графитовой мишени, ионно-лучевое осаждение, плазмохимическое осаждение, осаждение дуговым разрядом низкого давления [5–10]. Для придания новых свойств или модифицирования имеющихся при сохранении характерной аморфной структуры a -C:H пленок в аморфную решетку углерода могут быть включены различные атомы элементов, таких как Si, O, F, N или металлов [11–13].

Включение кислорода и кремния в аморфные гидрогенизированные углеродные пленки приводит к развитию нового класса материалов, называемых гидрогенизированный углерод, легированный оксидом кремния (a -C:H:Si:O), алмазоподобный нанокомпозит (DLN) или кремний-углеродное покрытие. Кремний-углеродное покрытие — это полностью аморфная пленка, состоящая

из двух взаимопроникающих решеток, одной из которых является решетка оксида кремния (SiO_x), а другой — решетка аморфного гидрогенизированного углерода ($a\text{-C:H}$). Как утверждается, эта структура обладает более низкими внутренними напряжениями в покрытии (менее 1 ГПа) по сравнению с $a\text{-C:H:Si}$ -структурой. Как результат достигается хорошая адгезия к широкому перечню подложек [4]. Снижение сжимающих остаточных напряжений в $a\text{-C:H:Si:O}$ -пленках объясняется присутствием Si-C -связей, которые длиннее связей C-C (длина связей Si-C составляет 1.89 Å, а длина связей C-C — 1.54 Å) [14]. Кроме этого, для кремний-углеродных пленок характерны высокая температурная стабильность и низкий коэффициент трения.

Термическая стабильность кремний-углеродных пленок выше, чем у аморфного гидрогенизированного углерода. Это объясняется появлением четвертой координаты атомов кремния, стабилизирующих атомы углерода в состоянии sp^3 -гибридизации, препятствуя их превращению в состояние sp^2 -углерода при высокой температуре. Это означает, что энергия активации, требуемая для превращения sp^3 -гибридизированных атомов углерода в состояние sp^2 -углерода в покрытии $a\text{-C:H:Si:O}$ выше, чем в структуре гидрогенизированного аморфного углерода $a\text{-C:H}$ [15]. Это способствует улучшению термической стабильности кремний-углеродных покрытий $a\text{-C:H:Si:O}$ при температурах вплоть до 450°C.

Для получения кремний-углеродных покрытий используют метод усиленного плазмой химического осаждения [16], метод плазмохимического осаждения на постоянном токе [17], метод дугового разряда [13], метод с использованием ионного источника Кауфмана [18]. В качестве прекурсоров могут использоваться как смеси газов, например, силана и кислорода [19], так и жидкости, такие как гексаметилдисилоксан, гексаметилдисилан, полифенилметилсилоксан (ПФМС), смеси силоксана и силазана [20–25].

В настоящей работе рассматривается осаждение кремний-углеродных покрытий из плазмы несамостоятельного дугового разряда с накалимым катодом. Так как осаждение покрытия происходит в вакууме, то в несколько раз снижается включение нежелательных элементов в структуру покрытия. Целью настоящей работы являлось осаждение кремний-углеродных покрытий, исследование их химического состава и механических свойств полученных покрытий.

Методика эксперимента

Для проведения экспериментальных исследований и технологических процессов была использована вакуумная камера с размерами 600 × 600 × 600 mm. Блок-схема установки приведена на рис. 1. Плазмотрон, основанный на несамостоятельном дуговом разряде с накалимым катодом, был установлен на боковой фланец вакуумной камеры. В качестве накалимого катода (поз. 6 рис. 1) использовалась вольфрамовая проволока длиной 12 mm

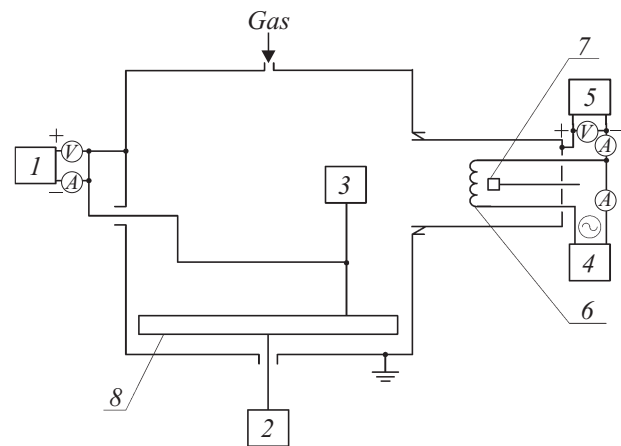


Рис. 1. Блок-схема вакуумной камеры с плазмотроном: 1 — источник высокочастотного напряжения смещения, 2 — двигатель вращения стола, 3 — проводящий держатель образца, 4 — источник электропитания накала, 5 — источник питания разряда, 6 — накалимый катод, 7 — источник паров ПФМС-масла, 8 — вращающийся рабочий стол.

и диаметром 1 mm, рабочим газом служил аргон, давление которого составляло 0.1 Па. В качестве прекурсора использовался ПФМС. Напряжение (10 V) от источника питания накала (поз. 4 рис. 1) прикладывалось к электродам для нагрева вольфрамовой нити. Ток вольфрамовой нити был около 42 А. Напряжение (100–170 V), прикладываемое между камерой и одним из электродов (поз. 5 рис. 1), способствовало поддержанию разряда. Ток разряда был около 6–10 А. Стенки вакуумной камеры служили анодом.

Источник паров ПФМС-масла (поз. 7 рис. 1) был изготовлен из нержавеющей стали, в форме цилиндра, полый внутри, имеющий только одно отверстие для выхода паров масла диаметром 8 mm. Полый цилиндр был наполнен корундовой ватой для впитывания масла и дальнейшего его испарения. Нержавеющий капилляр с внешним диаметром 2 mm и внутренним диаметром 1 mm соединял емкость, содержащую ПФМС-масло с нержавеющей головкой (источник паров ПФМС-масла). Нержавеющая головка нагревалась до температуры 400–700°C. ПФМС-масло непрерывно подавалось в нержавеющую головку и испарялось. При выходе из головки молекулы паров ПФМС-масла, представляющие собой достаточно длинные атомные цепочки [26], подвергаются распаду в плазме аргона, генерируемой за счет ионизации рабочего газа посредством термоэлектронной эмиссии вольфрамовой нити, до состояния отдельных атомов с последующей сборкой необходимой структуры на подложке.

В качестве подложек использовались пластины из арсенида галлия (GaAs) толщиной 0.2 mm. Подложки крепились на проводящий держатель образцов (поз. 3 рис. 1), расположенный на расстоянии 260 mm от нержавеющей головки плазмотрона по оси симметрии устройства. На образцы при осаждении покрытия подавалось высокочастотное (13.56 MHz) напряжение смещения ам-

плитудой от 0 до -300 V. Перед осаждением покрытия проводилась ионная очистка поверхности подложек плазмотроном высокоэнергетическими ионами аргона в течение 5 min с подачей на образцы высокочастотного напряжения смещения амплитудой -300 V и мощностью 150 W. Ионная очистка позволяет удалить загрязняющие вещества и оксиды, находящиеся на поверхности образца.

Для исследования твердости пленок применялось наноиндентирование, использовался алмазный индентор Берковича с радиусом при вершине 100–500 nm. Максимальная и минимальная нагрузки для „наномаятника“ составляют 0.1 и 500 mN соответственно. Твердость определялась по методу Оливера–Фарра [27] с помощью наноиндентора NanoTest 600 (MicroMaterials, Великобритания). Толщина покрытия определялась с использованием микроинтерферометра Линника МИИ-4 (ЛОМО, Россия).

Исследования коэффициента трения и степени износа покрытий проводились в геометрии диск–штифт с помощью трибометра (CSEM, Швейцария) при комнатной температуре и влажности. В качестве контр-тела использовался шарик из сплава ВК диаметром 3 mm, диаметр трека равнялся 5 mm, скорость вращения — 5 cm/s, нагрузка — 5 N, дистанция до остановки — 100 m. Объем износа материала покрытия определялся после проведения профилометрии образовавшегося трека с помощью лазерного оптического профилометра MicroMeasure 3D Station (Stil, Франция). Энергодисперсионный анализ рентгеновских лучей с помощью растрового электронного микроскопа Philips SEM 515, оснащенного микроанализатором элементного состава EDAX ECON IV, использовался для исследования химического состава полученных покрытий.

Полученные кремний-углеродные покрытия исследовались с помощью рамановского спектрометра комплекса Centaur U HR. Для этого использовались образцы пленок толщиной от 1–3 μm на арсениде галлия. Рамановский спектр получался с помощью 532-nm Ar^+ -лазера, сфокусированного в пучок диаметром 50 μm мощностью 10 mW. Спектры записывались в диапазоне 800–1800 cm^{-1} с разрешением 1.5 cm^{-1} . С помощью программы ORIGIN полученные спектры разбивались на две лоренцовские кривые с максимумами в области 1500–1600 cm^{-1} (G -пик) и 1300–1400 cm^{-1} (D -пик).

Внутренние напряжения в пленках определялись методом Стоуни [28]. Для этого кремний-углеродные покрытия наносились на подложки из арсенида галлия длиной 2 cm, шириной 2 mm и толщиной 0.6 mm. Изгиб полосок из арсенида галлия фиксировался с помощью лазерного оптического профилометра MicroMeasure 3D Station (Stil, Франция).

Результаты и обсуждение

Для того чтобы знать рабочие параметры напряжения горения, тока разряда и тока накала, необходимо построение и исследование вольт-амперных характеристик.

На рис. 2 приведена зависимость напряжения горения и тока разряда от тока накала несамостоятельного дугового разряда с накальным катодом при давлении 0.6 Pa. Эта зависимость показывает, что с увеличением тока накала ток разряда растет, а напряжение падает. Это объясняется тем, что при увеличении тока накала I_f увеличивается ток эмиссии с накального катода. Это способствует росту сечения ионизации, что приводит к увеличению концентрации плазмы вблизи накального катода и соответственно к увеличению плотности ионного тока. Рост ионного тока увеличивает степень компенсации пространственного заряда электронов вблизи накального катода, что приводит к росту тока эмиссии. Это, в свою очередь, приводит к дальнейшему росту концентрации плазмы.

Рис. 3 демонстрирует зависимость напряжения горения и тока разряда от давления в вакуумной камере. При увеличении давления P ток разряда I_d растет, а напряжение его горения U_d падает. Такое поведение зависимостей объясняется тем, что при увеличении давле-

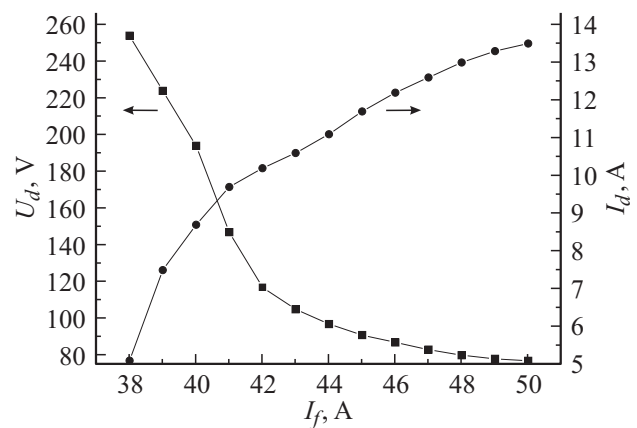


Рис. 2. Зависимость напряжения горения и тока разряда от тока накала при давлении 0.6 Pa; U_d — напряжение горения, I_d — ток разряда, I_f — ток накала.

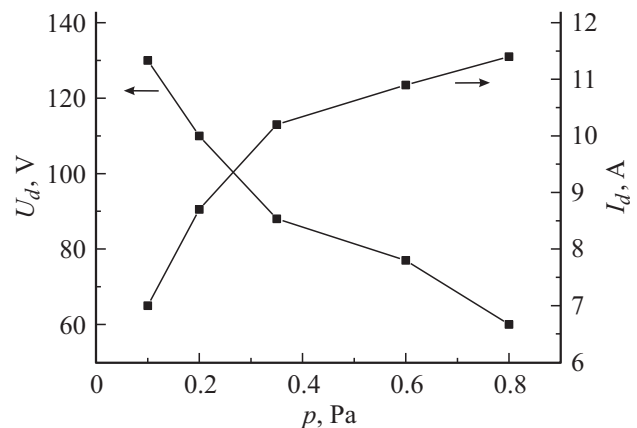


Рис. 3. Зависимость напряжения и тока разряда от давления в вакуумной камере; U_d — напряжение горения, I_d — ток разряда, p — давление в вакуумной камере.

Свойства кремний-углеродных покрытий для нескольких значений ВЧ-смещения (здесь U_b — напряжение ВЧ-смещения, v — скорость роста покрытия, H — твердость покрытия, μ — коэффициент трения, W — степень износа, σ — внутренние напряжения)

№	U_b, V	$v, \mu m/h$	H, GPa	μ	$W, mm^3 N^{-1} m^{-1}$	σ, GPa
1	—	2.88	6.5	—	—	0
2	–100	2.2	10	—	—	0.61
3	–200	1.77	20	0.16	$1.3 \cdot 10^{-5}$	0.76
4	–300	0.72	14	—	—	0.94

ния сокращается длина свободного пробега электронов. В свою очередь, это приводит к росту концентрации плазмы вблизи накаливаемого катода и соответственно увеличению плотности ионного тока, приходящего на накаливаемый катод. Пространственный заряд электронов вблизи накаливаемого катода частично компенсируется, что приводит к росту тока эмиссии с накаливаемого катода и соответственно дальнейшему росту концентрации плазмы и ионного тока, что объясняет рост тока разряда.

Согласно вольт-амперным характеристикам (рис. 2), максимальный рабочий ток (13–14 А) и минимальное рабочее напряжение накала (около 80 В) достигаются при токе накала 48–50 А. Однако при этом вольфрамовая спираль быстро (в течение 1 ч) перегорает. Поэтому рабочим током накала было выбрано значение 40–42 А, при котором напряжение горения разряда составляло 150–170 В, а ток разряда был 8–10 А. При этом вольфрамовая спираль не перегорала в течение 8 ч.

Установлено, что осаждение покрытия в смеси ПФМС и аргона позволяет сформировать мелкозернистое, плотное, твердое и термодинамически стабильное покрытие, так как ионная бомбардировка растущей пленки приводит к увеличению подвижности адатомов и плотности нуклеации, а также способствует отжигу дефектов и релаксации избыточных внутренних напряжений в покрытии [29,30]. В связи с этим формирование покрытия происходило в смеси ПФМС и аргона. В таблице приведены свойства кремний-углеродных покрытий для нескольких значений ВЧ-смещения, подаваемого на подложку. Во всех случаях напряжение горения составило величину 170 В, ток разряда 6.5 А при расходе масла 0.05 ml/min и токе накала 42 А. Как видно, при смещении –200 В покрытие обладает высокой твердостью 20 ГПа (образец 3 таблицы). Это связано с тем, что при подаче высокочастотного потенциала на подложку за счет разницы в площадях держателя образца и корпуса установки, а также из-за различия в подвижностях электронов и ионов на подложке формируется постоянное отрицательное напряжение смещения. Бомбардировка ионами аргона поверхности растущей пленки стимулирует различные атомные процессы, такие как поверхностная диффузия, образование дефектов, вторичное распыление уже нанесенного материала. Вклад этих процессов определяется напряжением смещения на подложке, т.е. энергией бомбардирующих ионов, и влияет на

структуру выращиваемых пленок [31]. Чем выше напряжение смещения, тем быстрее распыляется осажденный материал. Скорость осаждения покрытия уменьшается практически в 2 раза при приложении потенциала смещения –200 В. Однако покрытие получается более твердым за счет ионной бомбардировки растущей пленки. Образцы, полученные в режиме со смещением –200 В, обладают низким коэффициентом трения (0.16) и низкой степенью износа ($1.3 \cdot 10^{-5} mm^3 N^{-1} m^{-1}$), а также низкими внутренними напряжениями (0.76 ГПа). Для сравнения *a*-C:H:Si:O-покрытия, полученные методом химического плазменно-ассистированного газофазного осаждения (PACVD) из плазмы гексаметилдисилоксана, обладают коэффициентом трения 0.4–0.6 и степенью износа $1.5 \cdot 10^{-5} mm^3 N^{-1} m^{-1}$ [32]. Поэтому для наших целей оптимальным значением напряжения смещения является –200 В.

На рис. 4 показан коэффициент трения кремний-углеродного покрытия после 6000 циклов при темпера-

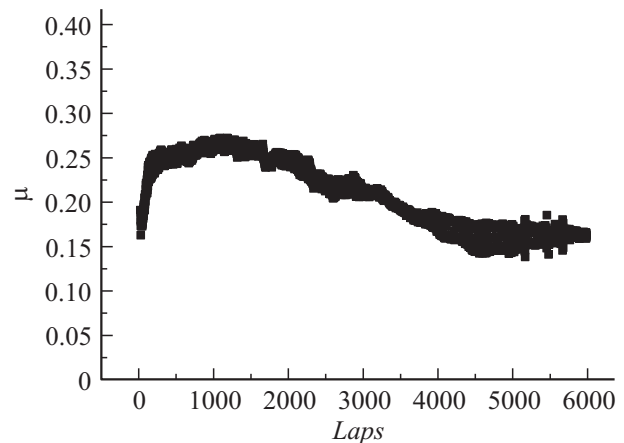


Рис. 4. Коэффициент трения кремний-углеродного покрытия после 6000 циклов (для образца, полученного с ВЧ-смещением амплитудой –200 В).

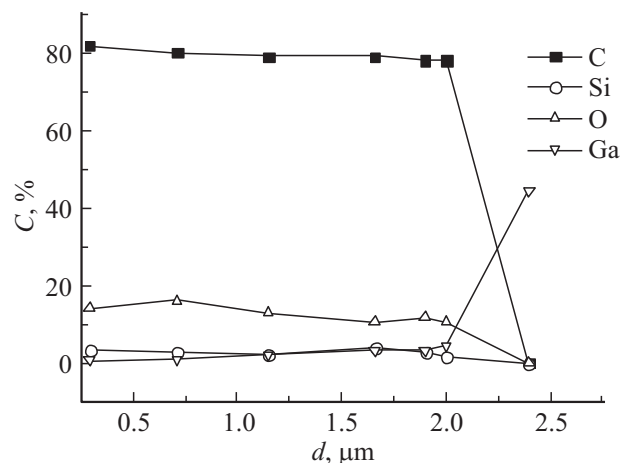


Рис. 5. Распределение элементов в покрытии по глубине (здесь C — это процентное содержание элемента, d — глубина покрытия).

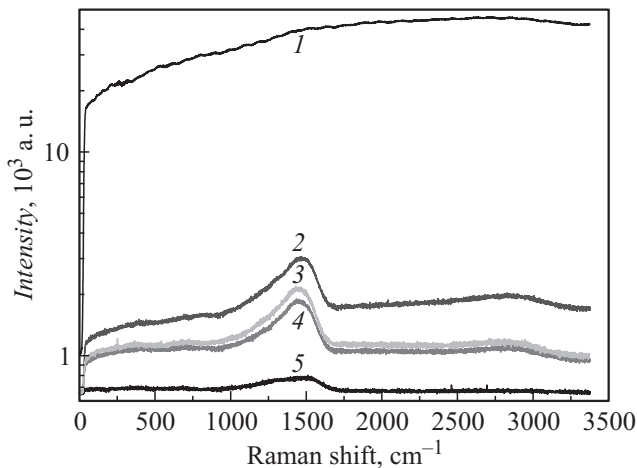


Рис. 6. Спектры комбинационного рассеяния кремний-углеродных покрытий, осажденных при разном значении напряжения ВЧ-смещения, и углеродной пленки; 1 — напряжение ВЧ-смещения 0 В, 2 — –100 В, 3 — –200 В, 4 — –300 В, 5 — углеродное покрытие.

туре 25°C и относительной влажности 50% для покрытия, полученного со значением ВЧ-напряжения смещения –200 В. Коэффициент трения сначала скачкообразно увеличивается, а затем постепенно снижается. Такое поведение кривой коэффициента трения можно объяснить графитизацией покрытия из-за его постепенного нагрева при трении. После достижения необходимой температуры в покрытии оно графитизируется и играет роль твердой смазки. Это, в свою очередь, и приводит к снижению коэффициента трения.

На рис. 5 приведено распределение элементов в покрытии по его глубине. Видно, что как в глубине, так и на поверхности покрытия содержится около 80% углерода, около 15% кислорода и около 5% кремния. Согласно полученным данным, такие пленки должны содержать большое количество водорода [33], однако для его регистрации необходимо использовать обратное резерфордское рассеяние. Используемый нами энергодисперсионный анализ рентгеновских лучей не может зафиксировать водород.

На рис. 6 приведены спектры комбинационного рассеяния кремний-углеродных покрытий и для сравнения спектр углеродного покрытия (*a-C*), полученного методом импульсного высокопоточного магнетронного распыления графита [6]. Видно, что покрытие, полученное при отсутствии напряжения смещения на подложке, не содержит характерных для алмазоподобных пленок *D*-пика (около 1360 cm^{-1}) и *G*-пика (около 1560 cm^{-1}), что говорит о его полимероподобной структуре [34]. Отношение интенсивностей *D*-пика и *G*-пика составляет 0.49 для кремний-углеродных пленок и 1.20 для углеродного покрытия, полученного методом импульсного высокопоточного магнетронного распыления графита. Это значит, что в кремний-углеродных пленках содержится больше *C*–*C*-связей с sp^3 -гибридизацией, чем в угле-

родных покрытиях [34], что делает его более твердым (20 ГПа твердость кремний-углеродного покрытия и 12 ГПа твердость углеродного покрытия).

Кремний-углеродное покрытие может обладать хорошими механическими свойствами не только из-за большего содержания алмазоподобной фазы, но также из-за лучшей когезии между частицами пленки и низкими внутренними сжимающими напряжениями (последнее характерно для кремний-углеродных покрытий [35]). Чтобы ответить на этот вопрос, необходимо знать количественное отношение sp^3/sp^2 -углерода. Поэтому в дальнейшем потребуется анализ покрытий рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией.

Заключение

Несамостоятельный дуговой разряд с накалимым катодом использовался для осаждения кремний-углеродных пленок на подложки из арсенида галлия. При ВЧ-напряжении смещения на подложку величиной –200 В были получены *a-C:H:Si:O*-пленки с твердостью 20 ГПа, коэффициентом трения — 0.16, степенью износа — $1.3 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$. Полученные пленки имеют низкие внутренние напряжения (ниже 1 ГПа), что позволяет их формирование толщиной в десятки микрометров.

Работа выполнена за счет средств субсидии в рамках реализации Программы повышения конкурентоспособности ТПУ. Работа выполнена в рамках Госзадания ИСЭ СО РАН и при поддержке гранта РФФИ № 14-08-31164 мол_а. Авторы благодарят ТомЦКП СО РАН за предоставленный наноиндентор NanoTest 600.

Список литературы

- [1] Цыганов Д.Л. // Отчет по заданию МО РБ № 02/205. 2002. С. 59.
- [2] Prasad S.V., Dugger M.T., Christenson T.R., Tallant D.R. // J. Manuf. Process. 2004. Vol. 6. P. 107–116.
- [3] Sullivan J.P., Friedmann T.A., Baca A.G. // J. Electron. Mater. 1997. Vol. 26. P. 1021–1029.
- [4] Neerincx D., Persoone P., Sercu M., Goel A., Venkatraman C., Kester D., Halter C., Swab P., Bray D. // Thin Solid Films. 1998. Vol. 317. P. 402–404.
- [5] Оскомов К.В., Сочугов Н.С., Соловьев А.А., Работкин С.В. // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. Вып. 19. С. 20–29.
- [6] Оскомов К.В., Соловьев А.А., Работкин С.В. // ЖТФ. 2014. Т. 59. Вып. 12. С. 73–76.
- [7] He H., Li W., Li H. // J. Vac. Sci. Technol. A. 1996. Vol. 14. P. 2039–2047.
- [8] Sun Z., Shi X., Liu E. // Thin Solid Films. 1999. Vol. 355–356. P. 146–150.
- [9] Hatada R., Flege S., Bobrich A., Ensinger W., Baba K. // Surf. Coat. Technol. 2014. Vol. 256. P. 23–29.
- [10] Bugaev S.P., Oskomov K.V., Podkovyrov V.G., Sochugov N.S., Smajkina S.V. // Surf. Coat. Technol. 2000. Vol. 135. P. 18–26.
- [11] Sanchez-Lopez J.C., Fernandez A. // Tribology of Diamond-Like Carbon Films. Springer, 2008. P. 311–338.

- [12] *Tripathi R.K., Panwar O.S., Srivastava A.K., Rawal I., Chockalingam S.* // *Talanta*. 2014. Vol. 125. P. 276–283.
- [13] *Panwar O.S.* // *Surf. Coat. Technol.* 2010. Vol. 205. P. 2126–2133.
- [14] *Neerincck D.* // *Diam. Relat. Mater.* 1998. Vol. 7. P. 468–471.
- [15] *Mangolini F., Rose F., Hilbert J., Carpick R.W.* // *Appl. Phys. Lett.* 2013. Vol. 103. P. 161 605.
- [16] *Meskinis S., Tamuleviciene A.* // *Mater. Sci.* 2011. Vol. 17. N 4. P. 358–370.
- [17] *Randeniya L.K., Bendavid A., Martin P.J., Amin M.S., Rohanizadeh R., Tang F., Cairney J.M.* // *Diam. Relat. Mater.* 2010. Vol. 19. P. 329–335.
- [18] *Scharf T.W., Singer I.L.* // *Thin Solid Films.* 2003. Vol. 440. P. 138–144.
- [19] *Baek S., Shirafuji T., Saito N.* // *Thin Solid Films.* 2011. Vol. 519. P. 6678–6682.
- [20] *Randeniya L.K., Bendavid A., Martin P.J., Amin Md.S., Preston E.W.* // *Acta Biomater.* 2009. Vol. 5. P. 1791–1797.
- [21] *Zajickova L., Bursikova V., Perina V., Mackova A., Janca J.* // *Surf. Coat. Technol.* 2003. Vol. 174–175. P. 281–285.
- [22] *Toth A., Mohai M., Ujvari T., Bertoti I.* // *Thin Solid Films.* 2005. Vol. 482. P. 188–191.
- [23] *Santra T.S., Liu C.H., Bhattacharyya T.K., Patel P., Barik T.K.* // *J. Appl. Phys.* 2010. Vol. 107. P. 124 320.
- [24] *Santra T.S., Liu C.H., Bhattacharyya T.K., Patel P., Barik T.K., Tseng F.G.* // *Surf. Coat. Technol.* 2011. Vol. 206. P. 228–233.
- [25] *Baba K., Hatada R., Flege S., Ensinger W.* // *Appl. Surf. Sci.* 2014. Vol. 310. P. 262–265.
- [26] *Божко А.Д., Шупегин М.Л.* // Тр. XI Межнац. совещания „Радиационная физика твердого тела“ / Под ред. Г.Г. Бондаренко. Севастополь, 2001. С. 377.
- [27] *Oliver W., Pharr J.* // *J. Mater. Res.* 1992. Vol. 7. P. 1564–1572.
- [28] *Соловьев А.А., Соцугов Н.С., Оскомов К.В.* // *Физика металлов и металловедение*. 2010. Т. 109. Вып. 2. С. 120–129.
- [29] *McKenzie D.R., Tarrant R.N., Bilek M.M.M., Pearce G., Marks N.A., McCulloch D.G., Lim S.H.N.* // *Nucl. Instrum. Meth. B.* 2003. Vol. 206. P. 741–744.
- [30] *Bilek M.M.M., Verdon M., Ryves L., Oates T.W.H., Ha C.T., McKenzie D.R.* // *Thin Solid Films.* 2005. Vol. 482. P. 69–73.
- [31] *Рудаков В.И., Богоявленская Е.А., Денисенко Ю.И., Наумов В.В.* // *Микроэлектроника*. 2011. Т. 40. Вып. 6. С. 418–423.
- [32] *Bewilogua K., Bialuch I., Ruske H., Weigel K.* // *Surf. Coat. Technol.* 2011. Vol. 206. P. 623–629.
- [33] *Venkatraman C., Goel A., Lei R., Kester D., Outten C.* // *Thin Solid Films* 1997. Vol. 308–309. P. 173–177.
- [34] *Ferrari A.C., Robertson J.* // *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A.* 2004. Vol. 362. P. 2477–2512.
- [35] *Kester D.J., Brodbeck C.L., Singer I.L., Kyriakopoulos A.* // *Surf. Coat. Technol.* 1999. Vol. 113. P. 268–273.