

جلد ۵- شماره ۳- سال ۱۳۹۹



تاثیر مقادیر ولتاژ بایاس بر روی پوشش اکسید آلومینیوم به روش تبخیر واکنشی فعال شده بر روی فولاد ابزار T4

ايمان پولادوندا*، على تلخابي'، عليرضا اسماعيلي'

۱- دکتری مهندسی مواد، متالورژی صنعتی، شرکت مهندسین مشاور موننکو ایران ۲- مهندسی مکانیک، شرکت مهندسین مشاور موننکو ایران ۳- مهندسی جوش، شرکت مهندسین مشاور موننکو ایران

*Pouladvand.iman@monencogroup.com

ارسال: تیر ماه ۹۹ پذیرش: مرداد ماه ۹۹

چکیدہ

پوشش اکسید آلومینیوم (آلومینا) بدلیل دارا بودن خواص متنوع مانند سختی بالا، مقاومت به خوردگی و سایش و داشتن خواص نوری خوب بطور گستردهای در زمینه های مختلف بخصوص صنایع الکترونیکی و تزئینی مورد استفاده قرار گرفته است. در این تحقیق هدف ایجاد پوشش آلومینا بر روی فولاد ابزار T4 بوسیله فرآیند تبخیر واکنشی فعال شده و سپس بررسی مقادیر ولتاژ بایاس روی پوشش می باشد. بدین منظور نمونه ها در محیط پلاسما تحت زمان اکسیژن دهی ۴۵ دقیقه، دمای زیرلایه 2°۹۰۰ و مقادیر ولتاژ بایاس ۰، ۵۰ و ۱۰۰ ولت توسط فرآیند تبخیر واکنشی فعال شده پوشش داده شدند. در نهایت جهت بررسی ساختار کریستالی توسط آنالیز XRD، ریز ساختار و مورفولوژی لایه تشکیل شده توسط آنالیز MES، جهت بررسی زبری پوشش از آنالیز AFM و همچنین جهت بررسی سختی سنجی پوشش از روش سختی سنجی ویکرز مورد استفاده قرار گرفت. نتایج نشان داد که هر چه ولتاژ بایاس زیرلایه بیشتر باشد زبری پوشش از روش سختی سنجی ویکرز مورد استفاده قرار گرفت. نتایج نشان داد که هر چه ولتاژ بایاس زیرلایه بیشتر باشد زبری پوشش از می شود. همچنین نمونه هایی که باردار شده اند (Biased) سختی بالاتری نسبت به نمونه هایی که باردار نشده اندرا دارا می باشند که این مطلب می تواند ناشی از متراکم تر شدن لایه ی تشکیل شده به علت بیشتر یون های اکسیژن موجود در محیط پلاسما باشد.

واژه های کلیدی: آلومینا، فولاد ابزار T4، فرآیند تبخیر واکنشی فعال شده، ولتاژ بایاس.

۱- مقدمه

برای دستیابی به لایه اکسید آلومینیوم روش های متنوعی مانند کندوپاش ، رسوب دهی شیمیایی بخار، تبخیر در خلاء و غیره وجود دارد که در این میان روش تبخیر در خلاء به دلیل سادگی و قابلیت تغییر متغیرهای فرآیند امروزه کاربرد بسیاری پیدا کرده است. در روش تبخیر در خلاء به منظور رسوب یک ترکیب مشخص (مانند Al₂O₃) می توان فرآیند تبخیر آلومینیوم را به همراه یک گاز واکنشی مناسب (اکسیژن) و تحت شرایط پلاسما انجام داد که این روش را تبخیر واکنشی فعال شده (Evaporation) استاده از Evaporation) گویند[۱]. این فرآیند به طور گستردهای مورد مطالعه و تحقیق قرار گرفته و نشان داده شده است که با استفاده از روش یاد شده دامنه وسیعی از ترکیبات را میتوان تشکیل داد. فرآیند ARE یک فرآیند رسوب دهی با سرعت بالا برای ترکیبات دیرگداز مثل کاربیدها، نیتریدها، اکسیدها و سولفیدها میباشد. در حالت کلی ماده ای که باید تبخیر شود در منبع به اجزای کو چکتری تجزیه می شود و بعدا این اجزا باید دوباره ترکیب شوند تا رسوب مورد نظر بوجود آید که به احتمال زیاد این پدیده بر روی زیرلایه رخ می دهد. حال با توجه به اینکه هر کدام از این اجزا فشار بخار اشباع معینی دارند، بنابراین تبخیر هر کدام با سرعت مناوتی صورت می گیرد و در نتیجه ترکیب لایه رسوب داده شده نسبت به ترکیب ماده منبع اختلاف پیدا می کند[۲-۴]. اکسیدآلومینیوم فازهای کریستالی زیادی دارد که فاز آلفا، کاپا وزتا سری آلفا نامیده می شوند در حالیکه فازهای گاما، تتا، اتاودلتا سری گاما نامیده می شوند. معمولترین شکل آلومینای کریستالی، اکسید آلومینیوم آلفا (۵۹–۹۲) میباشد که یونهای اکسید، تحقیقات نشان می دهد که هگزاگونال فشرده را تشکیل می دهند که یونهای آلومینیوم دو سوم از حفرات اکتاهدرال را پر می کند. تحقیقات نشان می دهد که با باردار کردن پوشش حجم بیشتری از مواد پوشش دهی به سمت زیرلایه هدایت پیدا می کند. و رم ی و سختی پوشش را تحت تاثیر قرار می دهد[۵].

Zywitzki و Hoetzsch در آزمایش های خود به این نتیجه رسیدند که وقتی دمای زیرلایه افزایش می یابد، مورفولوژی ریزساختار به سمت بیشتر کریستالی شدن پیش می رود که درنتیجه سختی افزایش پیدا می کند [۶]. زمانی که زیر لایه باردار می شود باعث می گردد که یون های موجود در محیط پلاسما در یک مسیر مشخص به سمت زیر لایه حرکت کنند[۷].

از طرف دیگر ذکر این نکته ضروری است که باردار کردن زیر لایه انرژی ذرات یونیزه شده موجود را نیز تحت تاثیر قرار می دهد. این امر علاوه بر بهبود ساختار پوشش، درجه حرارت لازم برای تغییر از نواحی ساختاری ستونی به محوری را نیز کاهش می دهد[۸].

۲- بیان مسئله، نوآوری و ذکر اهداف

در این تحقیق هدف ایجاد پوشش آلومینا بر روی فولاد ابزار T4 بوسیله فرآیند تبخیر واکنشی فعال شده و سپس بررسی مقادیر ولتاژ بایاس روی پوشش میباشد.

3- روش تحقيق

در این تحقیق به منظور پوشش دهی، از ۳ نمونه از جنس فولاد ابزار T4 با ضخامت ۶mm و قطر ۱۵mm استفاده گردید و سپس عملیات حرارتی با مراحل زیر، به منظور جلوگیری از رشد دانه و تشکیل کاربیدها انجام شد:

آستنیته کردن به مدت ۱۵ دقیقه در دمای C°۱۲۸۰، بازپخت به مدت ۱/۵ ساعت در دمای C°۵۶۰ و سپس سرد کردن در هوا (مرحله بازپخت دو بار انجام شد).

پس از انجام عملیات حرارتی، عملیات آماده سازی روی نمونه ها انجام گردید، بدین صورت که ابتدا نمونه ها تحت عملیات سنیاده و پولیش قرار گرفته و سپس درون دستگاه التراسونیک در مخلوطی از محلول استن و الکل، به مدت ۳۰ دقیقه چربی زدایی شدند. پس از پایان عملیات آماده سازی، عملیات پوشش دهی بر روی نمونه ها انجام گردید، بدین صورت که ابتدا گرانوله های آلومینیو می را بر روی بوته مولیدنی قرار داده و سپس در اثر حرارت دادن به بوته، گرانوله های آلومینیو می تبخیر شده و بر روی زیرلایه فولادی قرار گرفتند و سپس به مدت ۴۵ دقیقه گاز اکسیژن با فشار مشخصی در محیط پلاسما وارد محفظه دستگاه می شد که اعمال ولتاژ بایاس با مقادیر ۲، ۵۰، ۱۰۰ ولت به زیرلایه هم در همان ابتدای زمان اکسیژن دهی صورت می گرفت. قبل از از تبخیر، دماهای زیرلایه به ۲° ۲۰۰ رسانده شد. قبل از انجام عملیات پوشش دهی ابتدا توسط پمپهای دیفیوژنی و چرخشی خلائی در حدود ۵– به منظور بررسی ریزساختار و مورفولوژی لایه های تشکیل شده از میکرو سکوپ الکترونی روبشی (SEM) و برای بررسی درصد به منظور بررسی ریز ساختار و مورفولوژی لایه های تشکیل شده از میکرو سکوپ الکترونی روبشی (SEM) و برای بررسی در ماد اتمی و درصد وزنی عناصر پوشش از آنالیز عنصری EDX استفاده گردید. همچنین بررسی ریز سختی می در مقادیر مختلف ولتاژ ذکر شده انجام گردید.

4- ارائه نتایج و بحث

همانطور که از نمودار XRD شکل ۱ مشخص است پس از اینکه عملیات حرارتی بر روی نمونهها انجام شد، همانطور که انتظار میرفت فازهای کاربیدی مختلفی روی سطح نمونهها ایجاد گشت که از جمله باعث افزایش سختی سطح گردید.



شکل ۱- الگوی تفرق اشعه X نمونه خام بعد از عملیات حرارتی

همانطور که از نمودار XRD شکل ۲ مشخص است است پوشش تنها شامل فازهای γ-Al₂O₃ است.



شکل ۲- الگوی تفرق اشعه X نمونهای با دمای پوششردهی °۰۰۰ و در حضور پلاسما در مدت زمان اکسیژندهی ۴۵ دقیقه، بدون ولتاژ بایاس

همانطور که از نمودار XRD شکل ۳ مشخص است حضور ولتاژ بایاس ۵۰۷ در همان شرایط قبلی پوشش دهی علاوه بر تشکیل فازهای γ-Al2O3، منجر به تشکیل فاز A-Al2O3 روی سطح شده است که علت وجود فاز α آلومینا می تواند دمای بالای پوشش-دهی (۵۰۰°C) در حضور پلاسما و ولتاژ بایاس ۵۰۷ باشد.



شکل ۳- الگوی تفرق اشعه X نمونهای با دمای پوشش دهی ۵۰۰۰ و در حضور پلاسما در مدت زمان اکسیژن دهی ۴۵ دقیقه، همراه با ولتاژ بایاس ۵۰۷ همانطور که از نمو دار XRD شکل ۴ مشخص است حضور ولتاژ بایاس ۱۰۰۷ و حضور محیط پلاسما و دمای پوشش دهی ۵°۰۰۰ علاوه بر اینکه منجر به تشکیل فاز γ-Al₂O₃ روی سطح گشته است، منجر به تشکیل فازهای α-Al₂O₃ زیادی روی سطح گشته است.این شرایط بهینه ترین شرایطی است که در آزمایشات حاصل شده است.



شکل ۴-الگوی تفرق اشعه X نمونهای با دمای پوشش دهی ۲°۸۰۰ و در حضور پلاسما در مدت زمان اکسیژن دهی ۴۵ دقیقه، همراه با ولتاژ بایاس ۱۰۰۷ شکل ۵، تصویر SEM از سطح نمونه ای است که در درجه حرارت ۲°۸۰۰ پوشش دهی شده است و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن قرار گرفته است. ملاحظه می شود که تقریبا ریز ساختاری متراکم و تا حدودی منظم می باشد. ریز ساختار به صورت تلفیقی از ساختارهای گنبدی و تیغه ای شکل است. بلورهای آلومینیومی به رنگ سفید دیده می شوند.



شکل ۵- تصویر SEM از سطح نمونهای که در درجه حرارت C°۸۰۰ پوشش دهی شده و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن قرار گرفته

شکل ۶، تصاویر SEM از سطح نمونهای است که در درجه حرارت C°۸۰۰ پوشش دهی شده است و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن همراه با ولتاژ بایاس ۵۰۷ قرار گرفته است. ملاحظه می شود که ریزساختار بیشتر شامل دانههای گنبدی شکل است و به نظر می رسد که در این شرایط بلورهای اکسید آلومینیوم بیشتری نسبت به حالت قبلی که ولتاژ بایاس نداشتیم حاصل گردیده است و ساختار پوشش متراکم تر شده است وذرات آلومینا توزیع گسترده تری دارد.



شکل ۶- تصویر SEM از سطح نمونهای که در درجه حرارت C°۸۰۰ پوشش دهی شده و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن همراه با ولتاژ بایاس ۵۰۷ قرار گرفته

شکل ۷، تصاویر SEM از سطح نمونهای است که در درجه حرارت C°۸۰۰ پوشش دهی شده است و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن همراه با ولتاژ بایاس ۱۰۰ قرار گرفته است. ملاحظه می شود که ساختاری گنبدی تر و متراکم ترین و منظم ترین ساختار را نسبت به تمامی حالتهای قبلی داراست.

در نهایت باردار کردن زیر لایه این امکان را فراهم می نماید که لایه بوجود آمده دانسیته بالاتری نسبت به لایه ای که بدون باردار کردن زیر لایه تشکیل شده است داشته باشد. به طوری که Berry و همکارانش سختی لایه های باردار نشده را تقریب GPa GPA بدست آوردند در حالی که وقتی زیر لایه ها فقط به اندازه ۱۰۰-ولت باردار شدند(و سایر پارامترهای فرایند ثابت نگاه داشته شدند) سختی پوششهای ایجاد شده افزایش تقریبی به مقدار GPa ۱ نشان داده و به ۶/۴ GPa افزایش یافتند[۱۰].

در مجموع وقتی پوشش ایجاد شده ساختار متخلخلی داشته باشد با باردار کردن زیر لایه می توان به ساختار متراکم تری دست پیدا کرد به علاوه بر میزان چسبندگی پوشش به زیر لایه نیز افزوده می شود این تراکم و چسبندگی لایه با مقدار بار زیر لایه رابطه مستقیم داشته و با افزایش میزان بار نمونه چگالی و چسبندگی لایه نیز افزایش می یابد[۷،۹].



شکل ۷- تصویر SEM از سطح نمونهای که در درجه حرارت C°۸۰۰ پوشش دهی شده و سپس به مدت ۴۵ دقیقه در معرض پلاسمای اکسیژن همراه با ولتاژ بایاس V ۱۰۰ قرار گرفته

شکل ۸ نتایج آنالیز عنصری مربوط به نمونهای است که در دمای پوشش دهی ۲°۸۰۰ که در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژندهی شده است میباشد. آنالیز عنصری حاکی از آن است که چون نسبت درصد اتمی اکسیژن به درصد اتمی آلومینیوم بر روی سطح به ترتیب مقدار ۳۳/۳۲ و ۱۴/۹۷ میباشد که نسبت ۳ به ۲ بیشتر اکسیژن نسبت به آلومینیوم منجر به تشکیل آلومینا شده و مقدار زیادی اکسیژن به صورت ترکیب با عناصر دیگر نمونه های اکسیدهایی از جمله WO3، Fe₃O4، Fe₂O3، و ... روی سطح یدید آمده است.



شکل ۸- نتایج آنالیز عنصری نمونهای که در دمای پوششدهی C°۸۰۰ و در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژندهی شده

شکل ۹ نتایج آنالیز عنصری نمونه ای با دمای پوشش دهی ۲°٬۰۰ که در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژن دهی شده و همراه با ولتاژ بایاس ۵۰۷ می باشد را نشان می دهد. درصد اتمی اکسیژنی که بر روی سطح نشسته در این جالت ۳۴/۰۱ می باشد که این مقدار، مقدار بیشتری از حالت قبلی که بدون ولتاژ بایاس در حضور پلاسما بود می باشد که به این علت است که با بایاس کردن زیرلایه بار منفی به زیرلایه داده و یونهای اکسیژنی که در محیط پلاسما به صورت بار مثبت در آمده اند جذب زیرلایه ای شده که با مقدار ولتاژ ۷۰۲ بایاس شده و در نتیجه در این حالت، یونهای مثبت اکسیژن بیشتری جذب زیرلایه می شود. مقادیر درصد اتمی اکسیژن و آلومینیوم نشان می دهد که علاوه بر تشکیل آلومینا مقداری آلومینیوم به صورت مجزا و یا ترکیبی با عناصر دیگر بر روی سطح حاصل شده است.

شکل ۱۰ نتایج آنالیز عنصری نمونه ای با دمای پوشش دهی ۵°۸۰۰ که در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژن دهی شده و همراه با ولتاژ بایاس ۱۰۰۷ می باشد را نشان می دهد. در این شرایط درصد اتمی اکسیژنی که بر روی سطح زیر لایه نشسته است ۴۹/۳۶ است که درصد اتمی اکسیژن بیشتری نسبت به دو حالت قبل روی سطح ایجاد گردیده است. پس می توان گفت که در مقادیر بالاتر ولتاژ بایاس پوشش، یونهای اکسیژن بیشتری روی سطح می نشیند. مقادیر درصد اتمی اکسیژن و آلومینیوم نشان می دهد که علاوه بر آلومینا، اکسیژن با دیگر عناصر نمونه تر کیب شده و اکسیدهای دیگری روی سطح ایجاد شده است. این حالت بهینه ترین حالتی است که ایجاد شده است.



شکل ۹- نتایج آنالیز عنصری نمونهای با دمای پوششدهی C°۸۰۰ که در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژندهی شده و همراه با ولتاژ

باياس ۵۰۷



شکل ۱۰- نتایج آنالیز عنصری نمونهای با دمای پوششدهی ۵°۸۰۰ که در معرض محیط پلاسما در مدت زمان ۴۵ دقیقه اکسیژندهی شده و همراه با ولتاژ بایاس ۱۰۰۷

نتایج حاصل از آنالیز AFM در زیر نشان داده شده است:

نمونه B: شرایط پوشش دهی نمونه : دما ۸۰۰ درجه سانتیگراد، در حضورمحیط پلاسما، ولتاژ بایاس صفرولت، بدون کاشت یون نیتروژن

نمونه C: شرایط پوشش دهی نمونه : دما ۸۰۰ درجه سانتیگراد، درحضورمحیط پلاسما، ولتاژ بایاس ۵۰ ولت، بدون کاشت یون نیتروژن

نمونه D: شرایط پوشش دهی نمونه : دما ۸۰۰ درجه سانتیگراد، درحضورمحیط پلاسما، ولتاژ بایاس ۱۰۰ ولت، بدون کاشت یون نیتروژن

همانطور که مشخص است نمونه های B و C و D شرایط پوشش دهی یکسانی دارند و تنها مقادیر ولتاژبایاس برای این نمونه ها مقادیر مختلفی می باشد. مقادیر ولتاژ بایاس برای نمونه های B و C و D به تر تیب ۰، ۵۰ و ۱۰۰ولت می باشد. نتایج حاصل ازاشکال ۱۱، ۱۲، ۱۲ حاکی ازاین ست که زبری نمونه ها با افزایش ولتاژ بایاس بیشتر می شود، بدین صورت که Rq نمونه ی D ازنمونه ی C و به همین تر تیب نمونه C از نمونه B بیشتراست. در شکل ۱۱، تصویر سه بعدی مورفولوژی سطح مشخص است که ارتفاع بالاترین قله ۰/۴ میکرون می باشد که تصویر دوبعدی و نمودار هیستو گرام توزیع ذرات نیز آورده شده است که با توجه به نمودار بیشترین توزیع مربوط به ذره ای به اندازه ی ۲۵۰ نانومترمی باشد.



شکل ۱۱- تصویر دو بعدی و سه بعدی و نمودار هیستو گرام توزیع ذرات نمونه B

در شکل ۱۲، تصویر سه بعدی مورفولوژی سطح مشخص است که ارتفاع بالاترین قله ۱/۵۶ میکرون می باشد که تصویر دوبعدی ونمودار هیستو گرام توزیع ذرات نیز آورده شده است که با توجه به نمودار بیشترین توزیع مربوط به ذره ای به اندازه ۲۷۰ نانومترمی باشد.



شکل ۱۲- تصویر دو بعدی و سه بعدی و نمودار هیستو گرام توزیع ذرات نمونه C

در شکل ۱۳، تصویر سه بعدی مورفولوژی سطح مشخص است که ارتفاع بالاترین قله ۰.۷ میکرون می باشد که تصویر دوبعدی ونمودار هیستو گرام توزیع ذرات نیز آورده شده است که با توجه به نمودار بیشترین توزیع مربوط به ذره ای به اندازه ۳۰۰ نانومتر می باشد. اشکال ۱۴ به ترتیب تاثیر ولتاژ بایاس برمقادیر Rq با درصدخطای ۲درصد را نشان می دهد. همانطور که مشخص است با افزایش ولتاژ بایاس، مقادیر Rq افزایش می یابد یعنی با افزایش ولتاژ بایاس زبری سطح افزایش می یابد.



شکل ۱۳- تصویر دو بعدی و سه بعدی و نمودار هیستو گرام توزیع ذرات نمونه D



شکل ۱۴ – تاثیر ولتاژ بایاس بر مقدار Rq

همانطور که از شکل ۱۵ مشخص است با افزایش ولتاژ بایاس، سختی نمونهها رو به افزایش است که علت این امر میتواند به این دلیل باشد که با باردار کردن زیرلایه (یعنی زیرلایه بار منفی بگیرد)، تعداد اتمهای یونیزه شده بیشتری از اکسیژن (که بار مثبت گرفتهاند) به سمت زیرلایه جذب میشود و باعث میشود بلورهای آلومینا بیشتری و همچنین پوشش متراکم تر و مقاوم تری را نسبت به زمانیکه زیرلایه باردار نیست داشته باشیم.



شکل ۱۵– تاثیر ولتاژ بایاس بر سختی در دمای C°۸۰۰ و در حضور پلاسما

۵- نتیجهگیری

۱- نتایج حاصل از آنالیز XRD نشان می دهد که با انجام فرایند پوشش دهی در دمای زیر لایه ۸۰۰ درجه سانتی گراد و مدت زمان اکسیژن دهی ۴۵ دقیقه با مقادیرولتاژ بایاس ۵۰ و ۱۰۰ ولت پیکهای اکسید آلومینیم آلفا ظاهر می شوند.
۲- با افزایش ولتاژ بایاس طبق آنالیز XRD، تمایل به تشکیل پیکهای اکسید آلومینیم آلفا بیشتر می شود.
۳- همانطور که تصاویر SEM نشان می دهد حضور مقادیر بالاتر ولتاژ بایاس منجر به ریزساختاری متراکم تر و تا حدودی منظم تر می شود.
۳- ممانطور که تصاویر Mat نشان می دهد حضور مقادیر بالاتر ولتاژ بایاس منجر به ریزساختاری متراکم تر و تا حدودی منظم تر می شود.
۵۰ مطابق با نتایج حاصل از آنالیز AFM، زبری نمونه ها با افزایش ولتاژ بایاس بیشتر می شود.
۵۰ مطابق با نتایج حاصل از آنالیز Biasel) سختی بالاتری نسبت به نمونه هایی که باردار نشده اند را دارا می باشند که این مطلب هری می نود.

6- قدردانی

لازم می دانیم از واحد نفت و گاز شرکت مهندسین مشاور موننکو ایران که ما را در انجام پژوهش خود یاری رساندند کمال تشکر و قدردانی را داشته باشیم.

7- مراجع

- 1. Bunshah, R.F., 1982. "Deposition technology for films & Coatings". Noyes publication.
- 2. Bunshah, R.F., 1978. Thin solid Films, 107, pp. 21-38.
- 3. Jacobson, B., Bunshah, R.F., and Nimmagada, R., 1978. Thin Solid Films, 54, pp. 107-110.
- 4. Kosicki, B.B., and Khang, D., 1969. Science Technology. 6, pp. 592-599.
- 5. Bunshah, R.F., Schramm, R.J., and Nimmagadda, R., 1977. Thin Solid Films, 40, pp. 169-182.
- 6. Zywitzki, O., and Hoetzsch G., 1995. Surf. Coat. Technol., 76-77, pp. 754-762.
- 7. Herrick, C.S., and Tevebaugh, A.D., 1963. Electrochemical Society, 110, pp. 199-205.
- 8. Novice, M.A., Bennett, J.A., and Cross, K.B., 1964. Abstracts 11 th Vacuum Symp, 1, pp. 73-76.
- 9. Girish, P., and Rakesh, L., 1992. Thin solid Films, 209, pp. 240-249.

10. Berry, R.w., Hall, P.M., and Harris, M.T., 1968. Thin Solid Technology, Published by Van Nostrand Reinhold Company.