

## ЭВОЛЮЦИЯ ВАКАНСИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МЕТАЛЛА ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

*В.И.Лаврентьев, А.Д.Погребняк, Р.Шандрик<sup>\*1)</sup>*

*Сумський інститут модифікації поверхні<sup>2)</sup>*

*244030 г.Суми, Україна*

*\* Oxford University  
OX1 3NP Oxford, UK*

Поступила в редакцию 12 марта 1997 г.

С помощью уникальных ядерно-физических методов (аннигиляция медленных позитронов, обратное резерфордовское рассеяние – RBS, индуцированное протонами рентгеновское излучение – PIXE) экспериментально изучено распределение вакансационных дефектов в приповерхностных слоях  $\alpha$ -Fe после облучения импульсным сильноточным электронным пучком. Методом сканирования микропучка протонов обнаружены области с пониженной локальной плотностью, являющиеся источниками зарождения кратеров на поверхности облученного образца. Путем измерения времени жизни позитронов показана тенденция захвата неравновесных вакансий примесными атомами углерода при повышении мощности электронного пучка.

PACS: 61.80.-x

1. Взаимодействие импульсных пучков частиц (фотонов, ионов, электронов) высокой плотности с веществом приводит к значительным изменениям свойств приповерхностных слоев [1–3] в результате действия комплекса механизмов поглощения энергии. Процессы поглощения при подобных взаимодействиях генерируют высокие концентрации точечных [4] и линейных [5] дефектов. Достоверные данные о дефектах, возникающих при импульсных воздействиях, необходимы при изучении природы механизмов поглощения. Эти механизмы к настоящему времени слабо изучены, что обусловлено ограниченными возможностями экспериментальных методик при исследовании тонких (толщиной от нескольких нанометров до нескольких микрометров) приповерхностных слоев с неоднородным распределением дефектов по глубине [1].

В настоящей работе с помощью комплекса современных ядерно-физических методов изучаются особенности дефектной структуры в приповерхностных слоях  $\alpha$ -Fe, сформулированной импульсным воздействием низкоэнергетичного сильноточного электронного пучка (НСЭП).

2. В эксперименте использовались образцы отожженного  $\alpha$ -Fe с исходным размером зерна  $2 \div 3$  мм. Суммарное содержание примесей не превышало 0,01 вес.%, исходная плотность дислокаций – менее  $10^7$  см $^{-2}$ . Облучение образцов проводили на электронном источнике "Надежда-2" [6] со средней энергией электронов около 20 кэВ, длительностью импульса  $\tau \approx 0,8$  мкс и плотностью энергии, введенной за один импульс,  $w$  от 1,0 до 5,3 Дж/см $^2$ . Рабочий вакуум –  $10^{-4}$  Па. Исследования вакансационной подсистемы дефектной структуры проведены методом пучка медленных позитронов с энергией от 0,2 до 30 кэВ (Trento University, Italy) [7] путем измерения времени жизни  $\tau_p$  и  $S$ -параметра

<sup>1)</sup>R.Sandrik.

<sup>2)</sup>e-mail: SIMP@demex.sumy.ua

доплеровского уширения аннигиляционного пика (ДУАП) [8]. Для измерения времени жизни позитронов использовался источник позитронов  $^{22}\text{Na}(e^+, \gamma)$  активностью измерения 12 мКи в майларовом пакете. Время жизни источника описывалось двумя компонентами:  $\tau_1 = 250$  нс,  $I_1 = 6.2\%$  и  $\tau_2 = 450$  нс,  $I_2 = 2.5\%$ . Для калибровки использовали источник  $^{207}\text{Bi}$ . Качественный анализ распределения элементов вдоль поверхности образца выполнен с помощью цветных карт с областями размерами от  $100 \times 100$  до  $2500 \times 2500$  мкм, полученных методами RBS и PIXE в результате сканирования микропучка протонов с энергией 3 МэВ (Oxford University). Ток микропучка составлял 100 нА, диаметр – менее 1 мкм.

3. Обработка с помощью ЭВМ временных спектров позитронов позволила определить количественные характеристики аннигилирующих позитронов в исследуемых образцах: время жизни  $\tau_p$  и интенсивность аннигиляционных фотонов (в относительных единицах)  $I_p$ . Так, для образцов  $\alpha\text{-Fe}$ , облученных электронным пучком с плотностью энергии  $w = 3.3$  Дж/см<sup>2</sup>, временной спектр позитронов имеет две компоненты с  $\tau_{1p} = 108$  нс,  $I_{1p} = 67\%$  и  $\tau_{2p} = 195$  нс,  $I_{2p} = 33\%$ . Повышение плотности энергии электронного пучка до  $w = 4.2$  Дж/см<sup>2</sup> приводит к изменению параметров позитронов следующим образом:  $\tau_{1p} = 108$  нс,  $I_{1p} = 72.5\%$  и  $\tau_{2p} = 165$  нс,  $I_{2p} = 27.5\%$ .

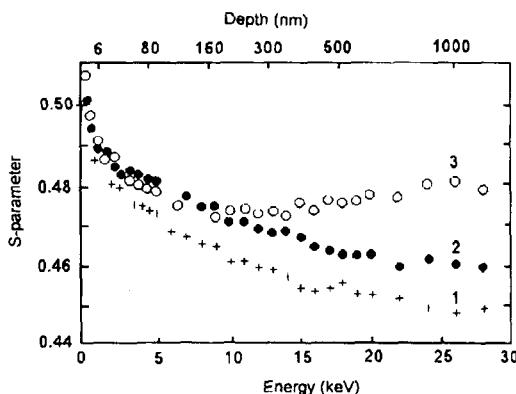


Рис.1. Зависимости  $S$ -параметра доплеровского уширения аннигиляционного пика 0.51 МэВ от энергии пучка позитронов (глубины залегания слоя) для  $\alpha\text{-Fe}$ : 1 – исходное состояние; 2 – после облучения НСЭП с  $w = 2.5$  Дж/см<sup>2</sup>,  $\tau = 0.8$  мкс; 3 – после облучения НСЭП с  $w = 4.2$  Дж/см<sup>2</sup>,  $\tau = 0.8$  мкс

На рис.1 приведены энергетические спектры  $S$ -параметра ДУАП образцов  $\alpha\text{-Fe}$  до и после однократного воздействия электронным пучком с различными плотностями энергии  $w$ . Фактически данные зависимости показывают распределение концентрации вакансационных дефектов по глубине залегания под плоскостью поверхности. Результаты, представленные на рис.1, свидетельствуют о повышении содержания вакансий на всем протяжении исследованного профиля (до 1020 нм), начиная с 20 нм. Увеличение плотности энергии, введенной электронным пучком, в интервале 1.0–4.5 Дж/см<sup>2</sup>, приводит к возрастанию  $S$ -параметра для всего рассмотренного диапазона энергий позитронов. При дальнейшем повышении  $w$  до 5.2 Дж/см<sup>2</sup> наблюдается понижение концентрации вакансационных дефектов ( $S$ -параметра), особенно в приповерхностных слоях (до 400 нм).

Изучение распределения элементного состава поверхности образцов  $\alpha\text{-Fe}$ , облученных низкими плотностями энергии ( $w$  до 3.5 Дж/см<sup>2</sup>), методами RBS и PIXE путем сканирования микропучка протонов показало наличие примеси

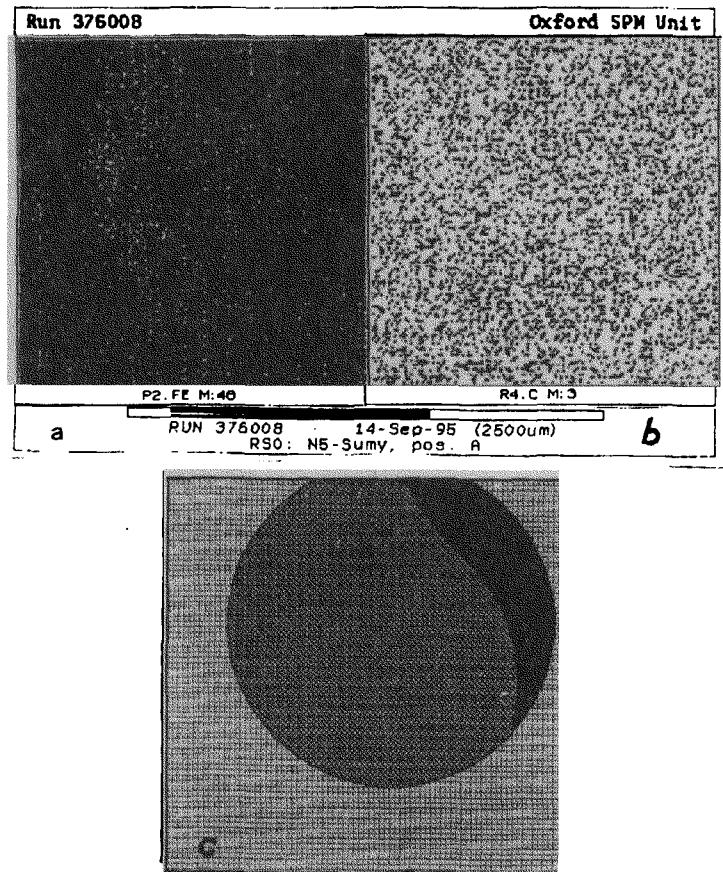


Рис.2. PIXE (а) и RBS (б) карты распределения элементов, полученные сканированием микропучка протонов с областей поверхности 2500 x 2500 мкм образца  $\alpha$ -Fe, облученного НСЭП при  $w = 2.0$  Дж/см $^2$ : а – Fe; б – С; в – схема поверхностного распределения Fe, демонстрирующая более четкое изображение карты а

углерода, сравнительно равномерно распределенного в исследованных областях со средней концентрацией 10–15 ат.% (рис.2б). Других примесей в данных экспериментах не обнаружено. Однако наблюдаются характерные "оттенки" на цветных картах, показывающих распределение железа, которые определяют области поверхности, по-видимому, круговой формы размером около 2000 нм (рис.2а). Схема, представленная на рис.2в, демонстрирует более четкую картину отмеченного распределения железа в черно-белом исполнении.

4. При импульсном воздействии электронного пучка с энергией электронов 20 кэВ на поверхность материала глубинный профиль поглощенной энергии в начальный момент имеет вид распределения Гаусса с максимумом на глубине около 1 мкм [1]. Следовательно, при достаточной плотности энергии, введенной в образец, плавление первоначально начнется в подповерхностных слоях. Расчеты, выполненные с помощью численного решения одномерного уравнения теплопроводности для  $\alpha$ -Fe, облученного импульсным электронным пучком с энергией электронов 20 кэВ (один импульс,  $\tau = 0.8$  мкс), показывают, что

при увеличении  $w$  от 2.3 до 5.2 Дж/см<sup>2</sup> толщина расплавленного слоя и время его существования увеличиваются в пределах 0.7–2.5 мкм и 0.5–3 мкс, соответственно [2]. Скорость охлаждения приповерхностного слоя  $\alpha$ -Fe составляет  $5 \cdot 10^9$  К/с, скорость движения фронта кристаллизации в зависимости от времени охлаждения и глубины слоя меняется от 2 до 5 м/с [2].

5. Результаты по моделированию плавления приповерхностных слоев  $\alpha$ -Fe при воздействии импульсного электронного пучка свидетельствуют о том, что при плотностях энергии  $w$  менее 3 Дж/см<sup>2</sup> происходят скоростные плавление и закалка подповерхностного слоя, находящегося на глубине примерно 1 мкм. При столь больших скоростях закалки ( $5 \cdot 10^9$  К/с) образуется высокая концентрация неравновесных вакансий (до  $10^{-3}$  [4]), которые и фиксируются методом аннигиляции позитронов. Компонента времени жизни позитронов  $\tau_{1p} = 108$  нс, полученная при облучении  $\alpha$ -Fe ( $w = 3.3$  Дж/см<sup>2</sup>), соответствует решетке бездефектного кристалла железа [9]. Вторая компонента  $\tau_{2p} = 195$  нс близка к времени жизни позитрона на дивакансии [10]. Таким образом, неравновесные вакансии, образующиеся при невысоких плотностях энергии  $w$  электронного пучка, в основном объединяются в дивакансию. Максимальная концентрация дивакансий первоначально находится на глубине около 1 мкм, соответствующей максимуму поглощенной энергии. По мере перераспределения тепла под действием градиентов температуры слои материала, расположенные ближе к поверхности, прогреваются быстрее из-за более высокой скорости нарастания температуры в приповерхностных слоях по сравнению со скоростью ее спадания в глубь образца [1, 2]. В результате основная доля неравновесных вакансий (дивакансий) устремляется по направлению к поверхности. Наиболее легкими путями миграции вакансий являются дислокации и границы зерен. Это должно приводить к скоплению вакансий вблизи одномерных и двумерных дефектов в приповерхностных слоях образца. Таким образом, вблизи таких дефектов локальная плотность материала должна понижаться. Именно это явление и проявляется при исследовании поверхностного распределения элементов образца  $\alpha$ -Fe, облученного электронным пучком с низкими значениями  $w$  (до 3 Дж/см<sup>2</sup>), когда на картах распределения железа по границе области, имеющей размер зерна, проявляются оттенки, свидетельствующие о понижении в этих местах локальной плотности материала (рис.2c). Факт миграции неравновесных вакансий к поверхности подтверждает и повышенные значения  $S$ -параметра в приповерхностных слоях материала (рис.1). Видимо, именно эти области с пониженной локальной плотностью и являются источниками зарождения кратеров на поверхности материала, облученного НСЭП с повышенными значениями плотности энергии [11, 12].

Изменение второй компоненты времени жизни позитронов до  $\tau_{2p} = 165$  нс при увеличении плотности энергии НСЭП до  $w = 4.2$  Дж/см<sup>2</sup> свидетельствует об объединении неравновесных вакансий в комплексы "вакансия – атом углерода" [9]. При данном значении  $w$  концентрация углерода в  $\alpha$ -Fe после воздействия НСЭП значительно повышается. Углерод внедряется в поверхностные слои образца из остаточных паров в вакуумной камере под действием интенсивного пучка электронов уже при малых плотностях энергии, что иллюстрируют результаты анализа элементного состава поверхности (рис.2b). Под действием волны деформации, порождаемой воздействием НСЭП, углерод мигрирует в глубь материала, что определяет протяженное пространственное распределение комплексов "углерод – вакансия" и повышенные значения  $S$ -

параметра в более глубоких слоях (рис.1). Часть вакансий в результате перераспределений аннигилирует с межузельными атомами, что вызывает понижение интенсивности второй компоненты  $I_{2p}$  при повышении  $w$ . Кроме того, понижение  $I_{2p}$  в последнем случае может быть связано с образованием комплексов "вакансия - 2 ÷ 3 атома углерода" в результате повышения концентрации С. Энергия связи позитрона с вакансией в таких комплексах резко уменьшается, так как добавление углерода в комплексы "вакансия - атом углерода" уменьшает способность позитрона локализоваться в образующихся состояниях [9].

Таким образом, в настоящей работе в результате применения ядерно-физических методов (RBS, PIXE, аннигиляция медленных позитронов) изучена эволюция вакансационных дефектов в приповерхностных слоях  $\alpha$ -Fe после воздействия НСЭП. Показано, что поглощение энергии, введенной в образец НСЭП, приводит к образованию на поверхности образца вблизи границы исходного зерна материала областей с пониженной локальной плотностью, в которых концентрируются неравновесные вакансии, вытесняемые тепловым фронтом из закаленного подповерхностного слоя. При повышении плотности энергии электронного пучка данные области могут стать источниками зарождения кратеров. Одновременно повышение содержания углерода приводит к связыванию неравновесных вакансий в комплексах "вакансия - атом углерода".

Авторы выражают благодарность сотрудникам университета г. Тренто за помощь в проведении экспериментов методом аннигиляции позитронов, а также Dr. G.W. Grime за финансовую поддержку экспериментов в Оксфорде. Работа частично финансировалась ГКНТ Украины, проекты 07.05.04/73-93 и 07.02.02/035-92.

- 
1. *Surface Modification and Alloying by Laser, Ion and Electron Beams*, Eds. J.M.Poate, G.Foti, and D.C.Jacobson, Plenum Press, New York and London, 1985.
  2. A.D.Pogrebnyak and D.I.Proskurovskii, Phys. Stat. Sol. (a) **145**, 9 (1994).
  3. A.D.Pogrebnyak, Phys. Stat. Sol. (a) **117**, 17 (1990).
  4. В.И.Лаврентьев, ФТТ **36**, 3563 (1994).
  5. В.И.Лаврентьев, ФТТ **37**, 368 (1995).
  6. D.I.Proskurovskii, G.E.Ozur, and V.P.Rotstein, Surf. and Tech. **173**, 221 (1996).
  7. A.Zecca, V.Paridane, N.M.Duarte et al., Phys. Lett. **175**, 443 (1993).
  8. I.Ya.Dekhtyar, Phys. Repts C **9**, 243 (1974).
  9. M.J.Puska and R.M.Nieminen, J. Phys. F **12**, L211 (1982).
  10. M.J.Puska and R.Nieminen, J. Phys. F **13**, 333 (1983).
  11. И.М.Гончаренко, В.И.Итин, С.И.Исиченко и др., Защита металлов **29**, 932 (1993).
  12. Ю.Ф.Иванов, В.И.Итин, С.В.Лыков и др., Изв.РАН. Металлы №3, 130 (1993).