

ЛОКАЛЬНЫЕ ПОВЕРХНОСТНЫЕ СЕГРЕГАЦИИ ИМПЛАНТИРОВАННОГО АЛЮМИНИЯ В СЛАБОДЕФЕКТНОМ КРИСТАЛЛЕ ЖЕЛЕЗА

*В.И.Лаврентьев, А.Д.Погребняк, Р.Шандрик*¹⁾*

*Сумский институт модификации поверхности
244030 г.Сумы, Украина²⁾*

** Oxford University, Nuclear Physics
Oxford OX 3RH, UK*

Поступила в редакцию 3 декабря 1996 г.

Методом сканирования микропучка протонов с энергией 3МэВ вдоль поверхности образца ОЦК-Fe, имплантированного ионами алюминия в интервале доз $(1 \div 50) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, изучено поверхностное распределение элементов. Обнаружены кольцеобразные области диаметром до 30мкм с повышенной концентрацией алюминия, которые проявляются при дозах имплантации $(5 \div 20) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Возникновение данных областей обусловлено процессами радиационно-стимулированной сегрегации. Предложен механизм процессов сегрегации имплантированной примеси, основанный на существовании в исходном кристалле невысокой плотности дислокаций.

PACS: 68.55.-a, 81.15.-z

1. Одним из наиболее значимых по своим последствиям процессов, имеющих место при воздействии интенсивных пучков заряженных частиц (электронов, ионов) на поверхность твердого тела, является радиационно-стимулированная сегрегация (РСС) – пространственное разделение компонентов, атомы которых входят в состав приповерхностных слоев. Открытие этого явления в середине семидесятых годов стимулировало появление серии теоретических и экспериментальных работ по исследованию его природы [1,2]. К настоящему времени установлено, что РСС обусловлены возникновением потоков неравновесных точечных дефектов радиационного происхождения к стокам (кластерам, дислокациям, границам зерен, свободной поверхности). В предыдущих работах изучение РСС в сплавах было основано на предположении одномерного градиента состава, когда потоки дефектов из глубины облучаемого образца приводят к образованию приповерхностного слоя новой фазы [3,4]. Количественный анализ явления РСС проводился путем профилирования по глубине с помощью таких методик, как резерфордовское обратное рассеяние (RBS) и оже-электронная спектроскопия (AES). Работы, в которых бы сообщалось об обнаружении процессов РСС в двух других взаимно перпендикулярных направлениях (лежащих в плоскости, параллельной поверхности образца), нам не известны.

Предметом настоящего сообщения является изложение результатов экспериментов по обнаружению локальных поверхностных сегрегаций примеси в образцах поликристаллического ОЦК-Fe в результате имплантации высокоэнергетичных ионов алюминия. Такие эксперименты оказываются особенно важными для правильного понимания процессов фазообразования в имплантированных слоях, а также для развития теории РСС.

¹⁾R.Sandrik

²⁾e-mail: SIMP@demex.sumy.ua

2. Имплантация ионов Al с энергией 10 кэВ в образцы поликристаллического ОЦК-Fe осуществлялась на импульсном ускорителе "Импульс-4" (СИМП, Украина) при следующих параметрах: длительность импульса $\tau = 20$ мкс, частота следования импульса $f = 50 \text{ с}^{-1}$, плотность ионного тока $- 0.5 \div 5 \text{ мА/см}^2$, вакуум $- 10^{-4}$ Па. Дозу имплантации варьировали в пределах $(1 \div 50) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. В процессе имплантации контролировали ускоряющее напряжение U_a , плотность ионного тока j_i , частоту f и температуру образца T_s .

Для имплантации были подготовлены образцы отожженного при 950°C в течение 2 ч ОЦК-Fe с исходным размером зерна $1 \div 2 \text{ мкм}$. Исходная плотность дислокаций не превышала 10^7 см^{-2} , суммарное содержание примесей было менее 0.01 вес.%. Обнаружение локальных поверхностных сегрегаций примеси стало возможным в результате применения микропучка протонов, полученных на мегаэлектрон-вольтовом ускорителе (Oxford University).

Качественный анализ распределения элементов в различных микрообластях поверхности имплантированных образцов осуществлялся с помощью цветных карт областей размерами от $10 \cdot 10 \text{ мкм}^2$ до $500 \cdot 500 \text{ мкм}^2$, полученных методами RBS и PIXE (эмиссия индуцированного протонами рентгеновского излучения) в результате сканирования микропучка протонов с энергией 3 МэВ при диаметре пучка около 1 мкм. Ток пучка составлял 100 пА. Количественный анализ элементного состава с определенных точек и областей поверхности осуществлялся с помощью энергетических RBS- и PIXE-спектров.

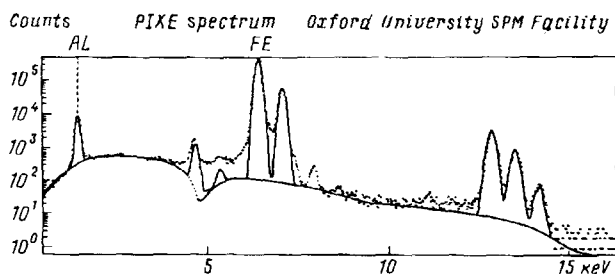


Рис.1. Энергетический PIXE-спектр для точек поверхности образца ОЦК-Fe, имплантированного ионами Al (доза $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$)

3. Наши эксперименты показали, что характер поверхностного распределения элементов вдоль поверхности образцов Fe после имплантации Al зависит от дозы имплантации. Так, при дозах $(1 \div 5) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ алюминий равномерно распределен по поверхности образца со средней концентрацией $(7 \div 12)$ ат.%. На рис.1 приведен PIXE-спектр, полученный после имплантации Al дозой $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. На данном спектре, кроме пиков, соответствующих алюминию и железу, четко проявляется углеродный пик (в районе 13 кэВ). Углерод проникает в приповерхностные слои образца из остаточных паров в вакуумной камере ускорителя под действием высокоэнергетичных ионов Al.

Повышение дозы имплантации до $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к образованию характерных поверхностных неоднородностей в распределении Al. При сравнительно однородном распределении Fe и C наблюдаются кольцеобразные образования с повышенной концентрацией Al с внешним радиусом кольца около 10 мкм. Внутренняя область этих кольцеобразных образований диаметром до 5 мкм характеризуется пониженной (~ 10 ат.%) концентрацией Al. Максимальная концентрация Al (до 64 ат.%) наблюдается вблизи среднего радиуса кольца. На рис.2а, б приведены энергетические PIXE-спектры, соот-

ветствующие двум различным точкам кольцеобразной области (в средней части кольца и в середине внутренней области). Повышение дозы имплантации до $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ приводит к исчезновению кольцеобразных областей Al, и вновь наблюдается однородное распределение элементов вдоль поверхности образца при поверхностной концентрации Al до 28 ат. %.

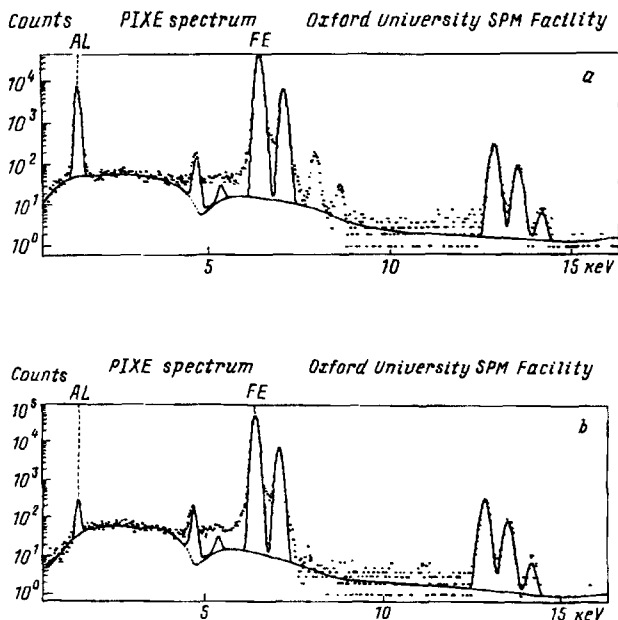


Рис.3. Энергетический PIXE-спектр для образца ОЦК-Fe, имплантированного ионами Al (доза $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$), полученные для точек, лежащих в средней части кольцевой зоны (а) и в середине внутренней области кольцевой зоны (б)

4. Наблюдаемое поверхностное перераспределение внедренной примеси свидетельствует о локальном протекании процессов РСС во время ионной имплантации. Расстояния между соседними кольцеобразными областями позволяют предположить, что процессы сегрегации Al обусловлены дислокациями, присутствующими в образце до имплантации. В результате упругого взаимодействия неравновесные вакансии осаждаются на дислокации, что приводит к образованию геликоида [5, 6]. Неравномерное распределение по глубине образца точечных дефектов, возникающих при ионной имплантации [7], приводит к тому, что радиусы витков геликоида также будут неодинаковыми. Продолжение закручивания геликоида в процессе ионной имплантации приводит к испусканию им самостоятельной дислокационной петли в результате взаимодействия соседних витков максимального радиуса. Поглощая неравновесные вакансии, дислокационная петля расширяется. Атомы имплантированного Al в ОЦК-Fe преимущественно связываются с радиационными вакансиями в устойчивые дефектные комплексы [1], которые диффундируют к дислокации посредством дополнительных вакансий и осаждаются на ней. По мере "собиранья" атомов Al скорость расширения дислокационной петли замедляется. Головную петлю подpiraют следующие дислокационные петли с распределенными на них атомами Al, повышая тем самым концентрацию примеси в кольцевой области. Отсутствие наблюдаемых выделений Al при дозах имплантации менее $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ обусловлено в данном случае недостаточной концентрацией неравновесных вакансий для запуска механизма испускания геликоидом дисло-

кационных петель. При дозах выше $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ кольцевые зоны примеси растворяются в результате развития процессов термически активируемой диффузии в условиях повышенных (523 К и выше) температур [8].

5. Предложенная модель позволяет сделать оценки параметров, характеризующих процесс сегрегации. За основу примем выражение, определяющее зависимость радиуса растущей дислокационной петли l от времени t [6]:

$$l^2 = \frac{2\mu b^3 D}{kT} t, \quad (1)$$

где μ – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, D – коэффициент диффузии дефектов, контролирующих рост петли. При характерных значениях для ОЦК-Fe $\mu = 8.4 \cdot 10^{11} \text{ дин/см}^2$ [9], $b \sim 10^{-8} \text{ см}$, а также из эксперимента $l \approx 10^{-3} \text{ см}$, $t \approx 300 \text{ с}$, $T \approx 400 \text{ К}$, получаем $D \approx 1.1 \cdot 10^{-17} \text{ см}^2/\text{с}$, что дает для энергии активации значение $H_m = 1.35 \text{ эВ}$. Полученное значение H_m почти совпадает с энергией миграции вакансий в ОЦК-Fe (1.32 эВ [10]), что подтверждает вакансионный механизм роста дислокационных петель, собирающих атомы примеси 'Al.

Итак, в статье продемонстрировано применение метода микропучка протонов для локального изучения процессов радиационно-стимулированной сегрегации, а также показана роль дислокаций в формировании микрообластей сегрегирующей примеси.

Авторы выражают благодарность проф. Ю.-П.Хирвонен (J.-P.Hirvonen, VTT, Finland) за обсуждение результатов работы. Работа частично финансировалась ГКНТ Украины (проекты 7.5.4/73-93 и 07.02.02/035-92).

-
1. F.V.Nolfi, Jr. (Ed.), *Phase Transformations during Irradiation*, Applied Science Publishers, London and New York, 1983.
 2. J.R.Holland, L.K.Mansur, and D.I.Poffer (Eds.), *Phase Stability during Irradiation*, the Metallurgical Society of AIME, New York, 1981.
 3. L.E.Rehn, P.R.Okamoto, and R.S.Averback, *Phys. Rev.* **B30**, 3073 (1984).
 4. N.Q.Lam, T.Nguyen, G.K.Leaf, and S.Yip, *Nucl. Instrum. and Meth.* **B31**, 415 (1988).
 5. Д.Л.Ландау, Е.М.Лифшиц, *Теория упругости*, М.: Наука, 1987.
 6. Ж.Фридель, *Дислокации*, М.: Мир, 1967.
 7. M.F.Denanot, O.Popoola, and P.Moine, *Mater. Sci. and Eng.* **A115**, 145 (1989).
 8. M.Kiritani, H.Takata, K.Morijama, and F.E.Fujita, *Phys. Mag.* **40A**, 779 (1979).
 9. К.П.Яковлев. *Краткий физико-технический справочник*, М.: Физматгиз, 1960.
 10. R.W.Baluffi, *J.Nucl. Mat.* **69/70**, 240 (1978).