

05;10

Исследование профилей имплантированных атомов Ti по глубине нанокристаллической керамики на основе нитрида бора при высоких дозах и потоках облучения и последующем отжиге

© С.М. Дуванов, В.А. Батулин

Институт прикладной физики НАН Украины, Сумы

Поступило в Редакцию 11 февраля 1999 г.

Представлены результаты исследования профилей распределения внедренных атомов Ti при высоких дозах имплантации (флюенс около 10^{17} cm^{-2}) по глубине нанокристаллической керамики на основе нитрида бора (BN). Наблюдается смещение максимумов концентрации примеси внедрения в глубь подложки при послειмплантационном отжиге в вакууме при температуре 950° C . Такое поведение примеси внедрения в BN прямо противоположно результату, полученному ранее при исследовании образцов керамики на основе поликристаллического оксида алюминия, подвергнутых аналогичной ионно-термической обработке. Оценен эффективный коэффициент диффузии атомов титана в BN при термическом отжиге. Соотношение концентраций Ti/O в слое, модифицированном в результате имплантации и последующего отжига при 950° C , близко к стехиометрическому TiO_2 . Наблюдалось одновременное увеличение концентрации атомов углерода и азота в приповерхностных слоях образцов BN в результате отжига при температурах 830 и 950° C .

Высокодозная и сильноточная имплантация многозарядных ионов является мощным методом модификации начальной структуры твердых тел, результатом которой является формирование состояния с высокой концентрацией дефектов и новых метастабильных фаз. Здесь под высококодозной и интенсивной имплантацией понимается такая имплантация, когда плотность ионного тока на мишени составляет величину от нескольких единиц до десятков миллиампер, а концентрация внедренной примеси составляет от нескольких единиц до десятков атомных процентов. Использование данного метода для модификации керамики на основе пиролитического нитрида бора (BN) интересно в связи с

возможностью формирования термически стабильных, электропроводящих покрытий [1] и таких соединений, как твердый кубический нитрид бора c -BN и теоретически предсказанное сверхтвердое соединение β - C_3N_4 [2].

Предварительно отшлифованные образцы нанокристаллической керамики (размеры гексагональных призм от 50 до 200 nm) были имплантированы ионами титана и подвергнуты последующему отжигу в вакууме. Параметры имплантации следующие: энергия имплантации 50–150 keV; импульсная плотность ионного тока $10^{-2} \div 10^{-3}$ A/cm²; длительность импульсов 250 μ s, частота следования импульсов — $10 \div 50$ s⁻¹; зарядовое состояние ионов $Ti^+ = 3\%$, $Ti^{++} = 80\%$, $Ti^{+++} = 17\%$; давление остаточных газов в камере $5 \cdot 10^{-3}$ Pa; флюенс около 10^{17} cm⁻² [1]. Отжиг образцов был реализован при температурах 400, 830 и 950°C с использованием установки, описанной в [3]. Время отжига составляло около 30 min. Концентрация основных элементов, входящих в состав исходных образцов BN, определен методом обратного рассеяния ионов гелия. BN-керамика состоит из: 37 at.% B; 37 at.% N; 10 at.% C; 5 at.% O.

Для количественного элементного анализа модифицированных образцов керамики использован следующий набор взаимно дополняющих друг друга неразрушающих методов: Резерфордское обратное рассеяние (RBS) ионов $^4He^+$ и $^1H^+$; резонансное упругое рассеяние (BS) ионов $^4He^+$ и $^1H^+$; детектирование протонов отдачи (ERD) [4] и сканирующая электронная микроскопия с энергодисперсионной спектроскопией рентгеновских лучей (SEM WDX). Для повышения чувствительности анализа концентрации легких элементов использовано упругое и резонансное упругое рассеяние протонов на изотопах B, C, N и O.

Целью настоящей работы были исследование профилей внедренных ионов при высоких дозах имплантации, определение коэффициента диффузии в результате последующего термического отжига в вакууме.

Результаты SEM WDX анализа легких элементов (B, C, N) показывают (рис. 1), что пик от углерода на WDX спектре, измеренном от образца, имплантированного при комнатной температуре, примерно в 3 раза превосходит по интенсивности пик на аналогичном спектре, измеренном от образца, подвергнутого последующему отжигу при температуре 830°C. Это указывает на диффузию углерода к поверхности образца в результате отжига. Подобное перераспределение атомов углерода

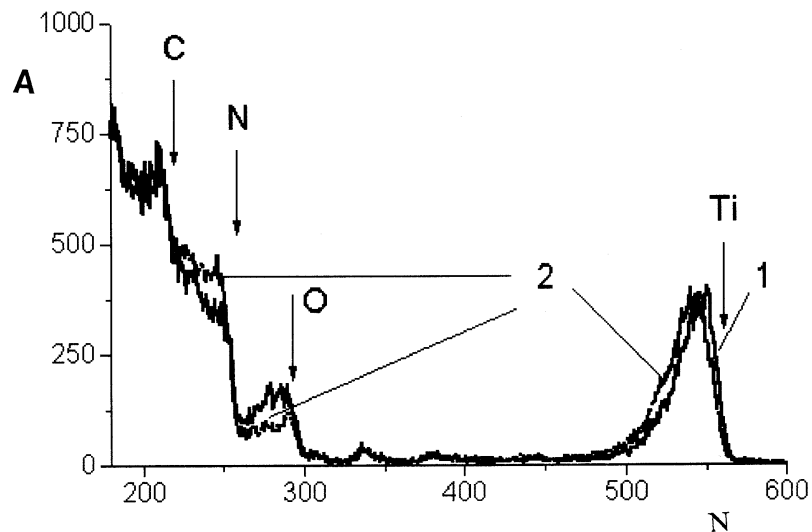


Рис. 1. Энергетические спектры обратно рассеянных ионов гелия-4 с начальной энергией 2 MeV, измеренные для образцов BN, имплантированных ионами Ti флюенсом 10^{17} cm^{-2} и отожженных при температурах 400 (1) и 950°C (2). Стрелками указаны кинематические границы спектров для различных элементов. N — номер канала, A — норм. выход.

согласуется с данными по измерению профилей концентраций H, N, C, O, Ti по глубине тех же самых образцов методами RBS и ERD. ERD-анализ показал, что приповерхностный слой образца толщиной около 35 nm, имплантированного при комнатной температуре, обогащен атомами водорода. Последующий отжиг при температуре 830°C снижает исходную концентрацию водорода примерно в 1.5 раза.

РОР-анализ образцов показывает (рис. 2) перераспределение имплантированных атомов титана в глубь образца, подвергнутого послеимплантационному термическому отжигу при температуре 950°C. В то же время профиль распределения концентрации Ti по глубине того же самого образца, отожженного при температурах 400 и 830°C, незначительно отличается от профиля, измеренного для образца без отжига. Перераспределение имплантированного Ti происходит в довольно узком температурном интервале между 830 и 950°C. Эффективный

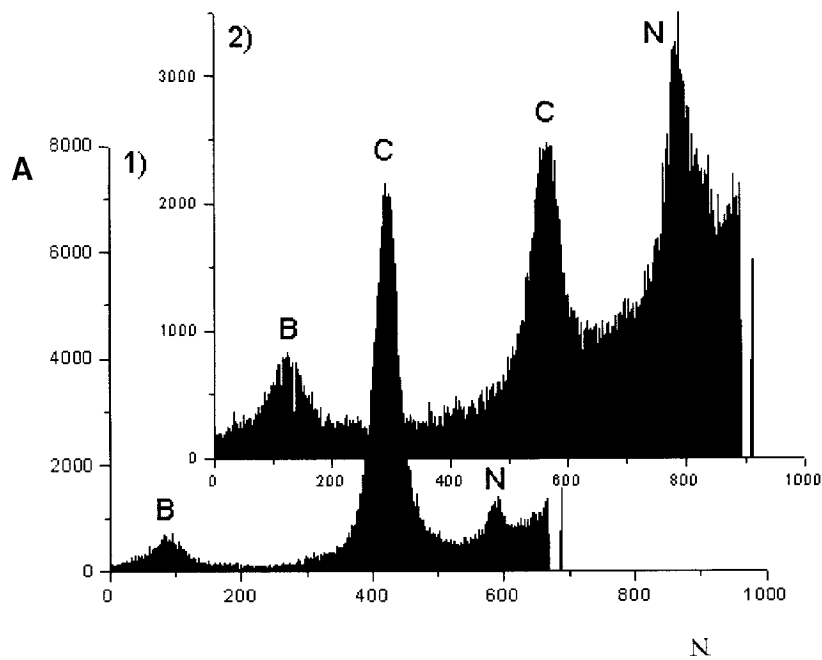


Рис. 2. WDX-спектры от образцов BN-керамики: имплантация ионами титана при комнатной температуре (1); последующий отжиг при температуре 830°С в течение 30 min (2).

коэффициент диффузии титана, извлеченный из экспериментальных концентрационных профилей, составил около $8.5 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$ в температурном интервале 830–950°С. Распределение внедренной примеси в глубь образцов BN прямо противоположно ранее полученному нами результату [1], где наблюдалась миграция имплантированных атомов титана к поверхности образцов керамики на основе поликристаллического оксида алюминия (Al_2O_3). Образцы Al_2O_3 были подвергнуты аналогичной ионно-термической обработке.

Величина коэффициента диффузии Ti в BN позволяет предположить, что миграция атомов титана коррелирует с миграцией индуцированных имплантацией дефектов и носит характер радиационно ускоренной (Radiation Enhanced Diffusion).

Таким образом, в работе получены следующие основные результаты: обнаружено перераспределение имплантированных атомов титана в глубь образца BN в результате последующего отжига при температуре 950°C;

обнаружен узкий температурный интервал отжига 830–950°C, где наблюдается перераспределение имплантированных атомов;

соотношение концентраций Ti/O в слое, модифицированном в результате имплантации и последующего отжига при 950°C, близко к стехиометрическому TiO₂, что указывает на образование двуокиси титана;

обнаружено одновременное увеличение концентрации атомов углерода и азота в приповерхностных слоях образцов BN в результате отжига при температурах 830 и 950°C;

эффективный коэффициент диффузии имплантированного титана составил около $8.5 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$.

Авторы выражают благодарность к.ф.-м.н. А.В. Кабышеву за помощь в изготовлении образцов и к.ф.-м.н. А.П. Кобзеву за содействие в проведении анализа на ионных пучках.

Работа выполнена при частичной поддержке Украинского научно-технологического центра, проект № 109.

Список литературы

- [1] *Duvanov S.M., Kabyshev A.V., Kobzev A.P.* // Materials Science Forum. 1997. V. 248–249. P. 271–277.
- [2] *Yu K.M., Cohen M.L., Haller E.E., Hansen V.L., Liu A.I., Wu I.C.* // Phys. Rev. B. 1994. V. 49. P. 5034.
- [3] *Бужинский О.И., Бутенко В.А., Лопатин В.В.* // ПТЭ. 1981. В3. С. 236.
- [4] *Duvanov S.M., Kobzev A.P., Tolopa A.M., Shirokov D.M.* // Nucl. Instrum. and Meth. 1994. В 85. P. 264–267.