

05,12
©1995

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИФФУЗИИ АЛЮМИНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ КРЕМНИСТОГО ЖЕЛЕЗА МЕТОДОМ ДВУХКРИСТАЛЬНОГО РЕНТГЕНОВСКОГО СПЕКТРОМЕТРА

А.В.Покоев, Д.И.Степанов

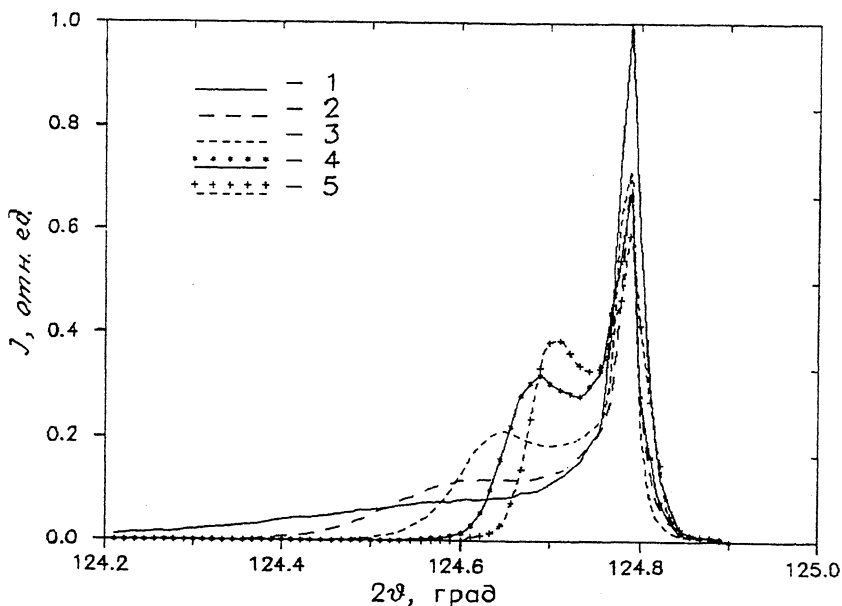
Повышение точности рентгенографических измерений коэффициентов диффузии (КД) в твердых телах имеет большое значение для физики твердого тела и практических целей. В этом направлении остаются далеко не выясненными возможности рентгеновской спектрометрии, обладающей высокой чувствительностью (до $\sim 10^{-5}$ – 10^{-4} [1] по параметру решетки).

Несмотря на то что принципиально некоторые пути решения обратной задачи рентгеновской диагностики уже указаны [2,3], практические методы ее решения остаются весьма сложными и слабо развитыми. В связи с этим остается актуальной проблема поиска простых, экспрессных и сравнительно точных методик определения КД по рентгенодифракционным данным. В настоящей работе сделана попытка применить основу методики [4] для определения КД в монокристаллических материалах.

Монокристаллы кремнистого железа (2.4 ат.% Si), полученные из лаборатории прецизионных сплавов УрО РАН, имели угловую разориентацию между блоками мозаики 0.02 – 0.3° и полуширину линий ~ 1.13 угл. мин. Образцы вырезали из монокристаллов в виде куба с ребром 10 мм и ориентацией [110].

Боковые поверхности монокристаллов механически шлифовали, полировали и отжигали в вакууме $\sim 10^{-4}$ Тор при температуре 1150°C в течение одного часа для снятия напряжений и стабилизации состояния. На подготовленную лицевую поверхность монокристаллов термическим испарением в вакууме $\sim 10^{-5}$ Тор наносили пленки алюминия толщиной 0.048 и 0.088 мкм. Толщину пленок измеряли весовым методом по контрольным образцам из покровных стекол и с помощью микроинтерферометра МИИ-4. Диффузию вели в вакууме $\sim 10^{-5}$ Тор при температуре $680 \pm 0.5^\circ\text{C}$ в течение 1–10 ч.

В соответствии с требованиями критерия [5] условия диффузии алюминия в монокристаллы кремнистого железа



Экспериментальные кривые качания образца ($h = 0.048$ мкм) после диффузии в течение 1 ч (1), 3 (2), 5 (3), 7 (4) и 10 (5).

соответствовали условиям диффузии из мгновенного источника в полубесконечное тело.

Рентгеносъемку производили в $\text{CoK}_{\alpha 1}$ -излучении на двухкристальном рентгеновском спектрометре, конструкция которого аналогична [6], в брэгговской геометрии ($n, -n$). В качестве монохроматора использовался монокристалл Si с ориентацией [100] (отражение (400)).

На рисунке приведены кривые качания образца с разными временами отжига, из которых видно, что начиная со времени диффузии 5 ч вблизи основной дифракционной линии кремнистого железа ($\vartheta = 62.39^\circ$) постепенно формируется четко выраженный максимум от нарушенного диффузией поверхностного слоя. Природа максимума связана с отражением от твердого раствора (в данном случае — твердого раствора замещения алюминия на основе кремнистого железа), образовавшегося в результате диффузии на поверхности образца с близким к нулю градиентом концентрации диффузанта. Высота максимума определяется толщиной слоя твердого раствора, которая увеличивается со временем отжига. Координата максимума при этом, очевидно, будет смещаться к координате максимума линии растворителя (ввиду конечной мощности источника диффузии). По величине этого смещения $\Delta\vartheta$ можно определить concentra-

Экспериментальные данные и результаты расчета КД алюминия в кремнистом железе при 680°С

t , ч	$\Delta\vartheta$, угл. мин	$c_{\text{пов}}$, ат.%	$D \cdot 10^{+12}$, см ² /с
5	4.17	1.13	1.65
7	2.88	0.78	2.48
10	2.22	0.60	2.92

цию диффузанта в поверхностном слое образца

$$c_{\text{пов}} = -\frac{a}{b} \operatorname{ctg} \vartheta \Delta\vartheta, \quad (1)$$

где a — параметр решетки чистого растворителя, b — постоянная Вегарда, а затем рассчитать КД по формуле [4]:

$$D = \frac{1}{\pi t} \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^2 \frac{h^2}{c_{\text{пов}}^2}, \quad (2)$$

где h — толщина пленки, t — время диффузии, V_1 и V_2 — атомные объемы диффузанта и растворителя соответственно. Расчеты КД выполнены при $a_{\text{Fe-Si}} = 2.86412 \text{ \AA}^3$ [7], $V_{\text{Al}} = 16.60 \text{ \AA}^3$, $V_{\text{Fe}} = 11.77 \text{ \AA}^3$ и $V_{\text{Si}} = 20.02 \text{ \AA}^3$ [8]; в качестве V_2 взято средневзвешенное значение $V_{\text{Fe-Si}} = 11.97 \text{ \AA}^3$; $b = +1.61 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^3/\text{ат.}\%$ [7].

В таблице даны угловые смещения, соответствующие им значения поверхностной концентрации алюминия и КД алюминия в кремнистом железе, найденные по кривым качания образцов с временем диффузии 5, 7 и 10 ч. Тенденция к увеличению значений КД с уменьшением концентрации алюминия связана, по-видимому, с концентрационной зависимостью этой величины. Измерения КД на образцах с другой толщиной дали подобные результаты.

Данные по диффузии алюминия в монокристаллическом кремнистом железе не обнаружены. Для качественного сравнения приведем значение КД алюминия в чистом поликристаллическом железе, полученное экстраполяцией температурной зависимости КД работы [9] к температуре 680°С, равное $4.7 \cdot 10^{-12} \text{ см}^2/\text{с}$.

Оценка точности метода показывает, что ошибка определения КД составляет $\sim 10\%$; точность может быть повышена до нескольких процентов применением более совершенных монокристаллов.

Важным упрощающим обстоятельством является то, что методика не требует изучения изменений всей формы линии

(или вычисления интегральной интенсивности), а позволяет определять КД путем измерений ее положения относительно линии растворителя.

Очевидно, что измерения можно вести до тех пор, пока

$$\Delta\vartheta \geq \beta, \quad (3)$$

где β — полуширина дифракционной линии растворителя.

К достоинствам рассматриваемой методики следует отнести также высокую чувствительность, на два порядка превышающую чувствительность традиционных рентгеновских методик [4,10] и способность вести измерения при малых глубинах диффузии до ~ 1 мкм. Она не требует разрушения образца и может быть особенно полезна в случаях, когда диффузانت не имеет изотопов с необходимыми характеристиками излучения.

Авторы признательны А.В. Колпакову и А.Г. Любимову за полезные консультации.

Список литературы

- [1] Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М. Рентгеновская структурная диагностика в исследовании приповерхностных слоев монокристаллов. М.: Наука, Гл. ред. физ.-мат. лит., 1986. 95 с.
- [2] Тихонов А.Н., Гончарский А.В., Степанов В.В., Ягола А.Г. Регуляризирующие алгоритмы и априорная информация. М.: Наука, 1983. 198 с.
- [3] Тихонов А.Н., Гончарский А.В., Степанов В.В., Ягола А.Г. Численные методы решения некорректных задач. М.: Наука, 1990. 232 с.
- [4] Фогельсон Р.Л., Угай Я.А., Покоев А.В., Акимова И.А. // ФТТ. 1971. Т. 13. В. 4. С. 1028–1031.
- [5] Малкович Р.Ш. // ФММ. 1963. Т. 15. В. 6. С. 880–884.
- [6] Любимов А.Г., Бушугев В.А., Лобанов Н.Н. // ПТЭ. 1985. В. 5. С. 171–173.
- [7] Pearson W.B. A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys. London–New York: Pergamon Press, 1958.
- [8] Физическое металловедение / Под ред. Р. Кана. Вып. 1. М.: Мир, 1967. 333 с.
- [9] Vignes A., Philibert J., Badia C. et al. // Diffusion Data. 1969. V. 3. P. 269–270.
- [10] Пинес Б.Я., Чайковский Э.Ф. // ДАН СССР. 1956. Т. 111. № 6. С. 1234–1237.

Самарский госуниверситет

Поступило в Редакцию
10 февраля 1995 г.