

05;11;12

Эффект аморфизации в приповерхностных объемах ионно-имплантированных сплавов

© В.А. Ивченко, Н.Н. Сюткин, Л.Ю. Кузнецова

Институт электрофизики УрО РАН, 620049, Екатеринбург
E-mail: ivchenko@ief.uran.ru

Поступило в Редакцию 25 октября 1999 г.

Методом полевой ионной микроскопии установлен эффект частичной аморфизации в приповерхностных объемах атомно-упорядоченных сплавов в результате ионной имплантации ускоренных до 20 keV положительных ионов аргона ($D = 10^{18}$ ion/cm² и $j = 200$ μA/cm³). Явление частичной аморфизации наблюдается на расстояниях не менее чем 90 nm от облученной поверхности материалов.

Важной проблемой радиационного материаловедения является определение структурного состояния и фазового состава тонких приповерхностных слоев сплавов, подвергнутых облучению. Одна из актуальных задач этой проблемы состоит в изучении взаимодействия пучков заряженных частиц с поверхностью материала в приповерхностном объеме (на расстоянии ~ 10 – 100 nm от облученной поверхности).

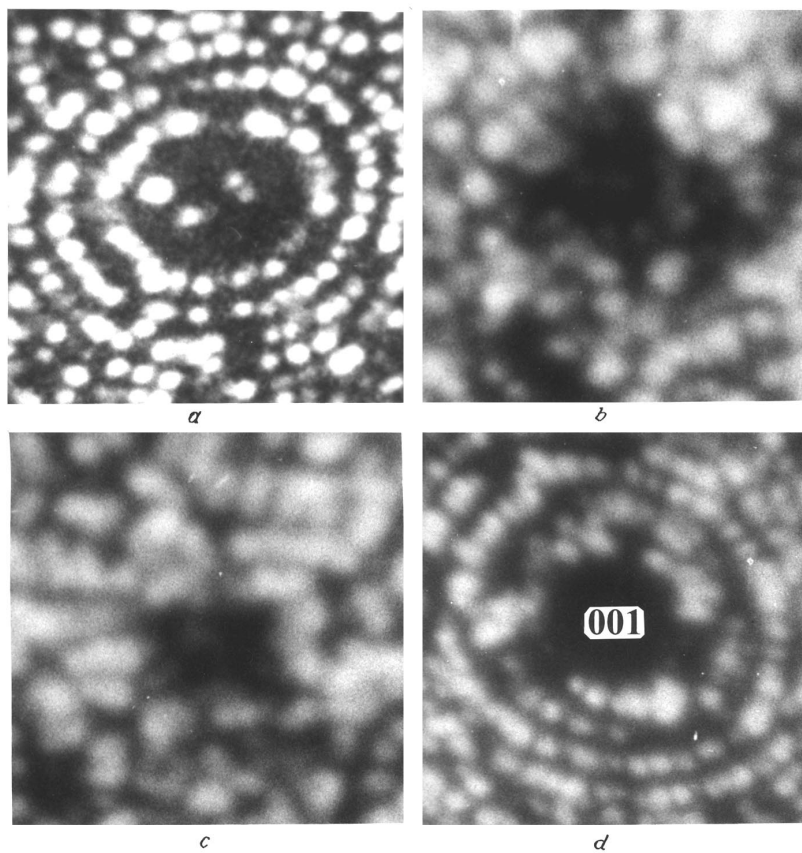
В настоящей работе прецизионное исследование изменений реальной структуры поверхностных атомных слоев сплавов проводилось методом полевой ионной микроскопии (ПИМ). Возможности ПИМ позволяют изучать приповерхностный объем облученных материалов контролируемым удалением атомов с поверхности, анализируя тем самым структуру образца путем полевого испарения одного атомного слоя за другим. Визуализируя атомно-чистую поверхность объекта исследования при температуре жидкого азота, удастся получать количественные результаты об изменении положений атомов, вызванных ионной имплантацией ускоренных до 20–25 keV положительных ионов аргона, наблюдать атомное строение возникших дефектов кристаллической решетки и их распределение в объеме, определять толщину модифицированного приповерхностного слоя и т. д.

В качестве объекта взаимодействия с ионами Ar^+ ($E = 20 \text{ keV}$, $D = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ и $j = 200 \mu\text{A/cm}^2$) был выбран атомно-упорядочивающийся сплав Cu_3Au . Причины выбора такого материала были обусловлены основной целью данного исследования, а именно: изучить влияние ионной имплантации на поверхностные и приповерхностные слои сплава в упорядоченном состоянии, не вызывая радиационно-индуцированного структурного фазового превращения порядок–беспорядок [1].

Известно, что в атомно-упорядоченных сплавах атомы каждого сорта занимают узлы "своей" подрешетки. В результате ионной имплантации происходит смещение атомов из своих положений на расстояния, соизмеримые с межатомным, а следовательно, возможно образование сегрегаций, различных дефектов кристаллической решетки и даже отдельных фаз, что относительно просто может быть обнаружено с помощью ПИМ на основании изменения в контрасте полевых ионных изображений поверхности.

Термическая обработка проволочных заготовок ($d = 0.2 \text{ mm}$) из сплава Cu_3Au стехиометрического состава проводилась в вакуумных условиях (10^{-2} Pa) и представляла собой длительный отпуск от 450 до 200°C со скоростью 10 grad/day . Образцы, предназначенные для исследования в ПИМ, готовились в виде острий с радиусом кривизны вершины $30\text{--}50 \text{ nm}$ из предварительно термообработанных проволочных заготовок путем электролитической полировки. Размер антифазных доменов в сплаве составлял не менее 500 nm . Поэтому регистрируемые в ПИМ ионные микрокартины поверхности аттестуемых перед ионной имплантацией полевых эмиттеров фиксировали сравнительно небольшое количество дефектов кристаллической решетки, а именно, термических антифазных границ. Аттестованные для облучения образцы имели атомно-гладкую поверхность, приготовленную *in situ* полевым испарением поверхностных атомов сплава (см. рисунок, *a*).

Имплантированные образцы-острия вновь помещали в ПИМ и, регистрируя фото- или видеокамерой ионные изображения поверхности при контролируемом удалении атомных слоев, анализировали структурное состояние сплава в объеме. Толщина исследованного модифицированного слоя в большинстве случаев составляла $0.2\text{--}0.5 \mu\text{M}$. ПИМ был снабжен ионно-электронным конвертером; хладагентом, как правило, служил жидкий азот ($T = 78 \text{ K}$); в качестве изображающего газа использовали неон.



Неоновые изображения поверхности в плоскости (001): *a* — термически упорядоченного сплава ($V = 5 \text{ kV}$); *b-d* — в процессе полевого испарения атомных слоев от облученной поверхности (*b* — 10 at. sheets (3.7 nm), $V = 5.7 \text{ kV}$; *c* — 39 at. sheets (14.5 nm), $V = 5.8 \text{ kV}$; *d* — ~ 650 at. sheets (243 nm), $V = 11 \text{ kv}$).

Полевые ионные изображения поверхности бинарных упорядоченных сплавов представляют собой высокорегулярные кольцевые картины, поскольку атомы только одного компонента создают контраст этих

материалов. В [2,3] при изучении системы золото-медь с помощью ПИМ было установлено, что именно атомы золота определяют видимое изображение поверхности упорядоченных золотомедных сплавов в виде регулярной кольцевой картины, подобной микрокартине чистых металлов (атомы меди не изображаются на экране микроскопа). В результате структурного фазового превращения происходит статистическое перераспределение атомов меди и золота по узлам кристаллической решетки, которое сопровождается изменением ионного контраста. Таким образом, ионный контраст упорядоченного сплава Cu_3Au соответствует контрасту сверхструктуры $L1_2$. Как только происходит структурный фазовый переход порядок–беспорядок (например, за счет облучения), сплав Cu_3Au демонстрирует ионный контраст гранецентрированного разупорядоченного твердого раствора. Неупорядоченное расположение атомов компонентов в бинарном твердом растворе определяет, в свою очередь, нерегулярный ионный контраст поверхности. Поэтому любое изменение ионного контраста в результате облучения пучками заряженных частиц свидетельствует о влиянии ионной имплантации на структурное состояние материала. Нарушение регулярности кольцевой картины поверхности в гранях интерпретируется согласно известной теории геометрического контраста [4], на основании которой идентифицируются возникшие вследствие облучения дефектные области. Так, например, отождествляется контраст антифазных границ, дефектов упаковки, дислокаций, дислокационных петель и дислокационных конфигураций, сегрегаций атомов одного компонента либо образования частиц другой фазы и т.п. [5–8].

В настоящем исследовании варьировали только плотность тока в пучке, оставляя неизменными энергию и дозу имплантации ($E = 20 \text{ keV}$, $D = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$). При $j = 275 \text{ } \mu\text{A/cm}^2$ происходил структурный фазовый переход в объеме всего материала, что свидетельствовало о том, что под действием тока в пучке образец нагревался до критической температуры фазового превращения ($\sim 390^\circ\text{C}$) и скорость охлаждения соответствовала условиям перехода в разупорядоченное состояние. При облучении пучком с $j = 250 \text{ } \mu\text{A/cm}^2$ структурного фазового превращения не наблюдалось, что однозначно показывало, что под действием ускоренных ионов аргона образец не нагревался до критической температуры. Поэтому структурное состояние упорядоченного сплава Cu_3Au изучалось после облучения при $j = 200 \text{ } \mu\text{A/cm}^2$, что априори свидетельствовало о низкой температуре образца в процессе ионной имплантации.

Ионные микрокартины поверхности, зарегистрированные после ионной имплантации ($j = 200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) упорядоченного сплава, показали бесструктурное расположение атомов в приповерхностных слоях. Аналог наблюдаемого ионного контраста соответствовал ионному контрасту аморфных материалов, полученных сверхскоростным охлаждением. С другой стороны, из ионного контраста совершенно очевидно, что фазового перехода порядок–беспорядок не наблюдается даже в приповерхностном объеме (см. рисунок, *d*). Такой вывод следует из сравнения с ионным контрастом термически разупорядоченного сплава (см. рисунок, *a*).

Анализ микрокартины поверхности грани (001) в процессе атомного контролируемого удаления атомов показал (см. рисунок, *b–c*), что атомы бесструктурно располагаются на поверхности. Необходимо заметить, что при анализе приповерхностного объема путем полевого испарения атомов наблюдались отдельные участки поверхности с частичным кольцевым контрастом, что дополнительно подтверждает отсутствие фазового превращения порядок–беспорядок в ионно-имплантированном Cu_3Au . С другой стороны, это свидетельствует о частичной аморфизации материала в приповерхностных слоях облученного сплава. Такое структурное состояние наблюдалось в приповерхностном объеме на расстояниях вплоть до 90 nm от облученной поверхности. Исходя из [9] ускоренные до 20–25 keV ионы аргона имеют проективный пробег в отдельных компонентах сплава не выше 15 nm. Отсюда очевидно, что наблюдаемое явление частичной аморфизации в приповерхностном объеме сплава Cu_3Au нельзя объяснить внедренными ионами аргона.

Таким образом, в результате имплантации ускоренных до энергий 20 keV положительных ионов аргона ($D = 10^{18} \text{ ion}/\text{cm}^2$ и $j = 200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) в упорядоченный сплав Cu_3Au в приповерхностном объеме материала на расстояниях не менее чем 90 nm от облученной поверхности наблюдалось явление частичной аморфизации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 98–02–17304) и проекта Министерства науки.

Авторы выражают благодарность профессору В.В. Овчинникову за помощь в проведении экспериментов.

Список литературы

- [1] *Ivchenko V.A., Syutkin N.N., Bunkin A.Yu.* // J. de Phys. 1988. V. 49-C6. P. 379–383.
- [2] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н.* // ФММ. 1986. Т. 61. С. 575–582.
- [3] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н.* // ФТТ. 1983. Т. 25. С. 3049–3054.
- [4] *Southworth H.N., Ralph B.* // Phil. Mag. 1970. V. 21. P. 23–41.
- [5] *Ivchenko V.A., Syutkin N.N., Kuznetsova L.Yu.* 34th IFES: 1987. Abstr. Osaka, Japan. P. 54.
- [6] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н.* // ФММ. 1981. Т. 52. С. 552–557.
- [7] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н., Таланцев Е.Ф.* // ФММ. 1990. С. 121–127.
- [8] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н., Кузнецова Л.Ю.* // ФММ. 1987. Т. 64. С. 162–169.
- [9] *Буренков А.Ф., Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Темкин М.М.* Пространственные распределения энергии, выделенной в каскаде атомных столкновений в твердых телах. М.: Энергоатомиздат, 1985. 248 с.