

05; 10

© 1993

О ПРОФИЛЯХ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФЕКТОВ И ВНЕДРЕННЫХ ИОНОВ ПРИ ВЫСОКОДОЗНОЙ ИНТЕНСИВ- НОЙ ИМПЛАНТАЦИИ ТИТАНА В АЛЬФА-ЖЕЛЕЗО

О.Г. Бахарев, А.Д. Погребняк,
В.А. Руденко, В.М. Мартыненко,
Р. Бруза, А. Зекка,
А.И. Рябчиков

В последнее время представляет интерес применение неразрушающих методов анализа дефектной структуры и элементного состава имплантированных слоев, исключая влияние предварительной подготовки образцов для исследований на их результаты, с целью выяснения дискуссионного вопроса об эффекте дальности действия при высокодозном интенсивном облучении материалов [1-9].

Исследовались две серии отожженных образцов α -железа (суммарное содержание примесей 10^{-3} вес.%) с крупным ($d_{cp} = 3$ мм) и мелким ($d_{cp} = 20$ мкм) зерном. Образцы имели форму шайб диаметром 12 мм и толщиной 1 мм). Исходная плотность дислокаций в образцах обоих типов, оцененная электронно-микроскопическим методом, составляла величину порядка 10^8 см $^{-2}$. Облучение α -железа ионами Ti^{+n} , Al^{+n} , C^+ проводили на импульсно-дуговом источнике „Радуга“ [10] с дозами от $5 \cdot 10^{16}$ до $8 \cdot 10^{17}$ ион/см 2 при ускоряющем напряжении 40 кВ. В процессе имплантации контролировались параметры облучения (плотность тока ионов, скорость распыления и температура подложки). Распределение дефектов различного типа по глубине имплантированной поверхности образцов изучали с помощью пучка медленных позитронов с энергией от 0.2 до 30 кэВ, что соответствует глубинам анализа в α -железе [11] от единиц нанометров до 1.2 мкм. Измеряли S -параметр доплеровского уширения аннигиляционного пика (ДУАП) (511 кэВ), изменение интенсивности которого напрямую связано с изменением концентрации и типа дефектов (вакансии, вакансионные кластеры, петли и дислокации). Распределение внедренных ионов по глубине матрицы α -железа изучали с помощью резонанса ядерных реакций ($E_{r_1} = 1007$ кэВ, $E_{r_2} = 1013$ кэВ).

На рис. 1 приведены профили концентрации ионов Ti в α -Fe, полученные методом резонанса ядерных реакций. Профиль ионов титана при дозе до $8 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ характеризуется двугорбой формой. Первый максимум наблюдается у поверхности, второй в глубине. Подобная зависимость наблюдалась в [12] в случае имплантации N в α -Fe (40 кэВ, $= 10$ мА/см 2) при температуре 150 С. Авторы [13] интерпретируют подобное поведение образо-

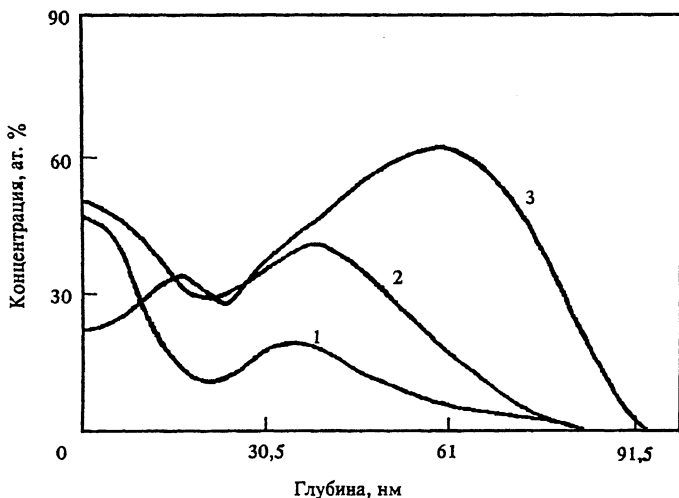
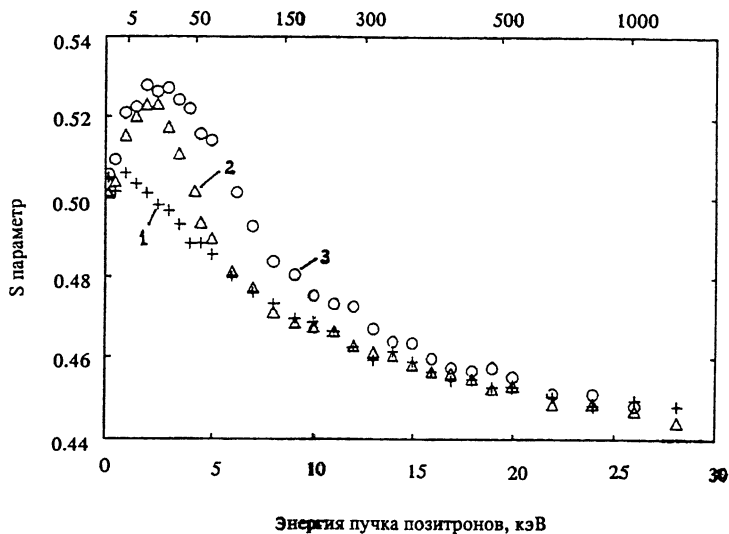


Рис. 1. Профили концентрации имплантированных ионов Ti^{+n} в поверхностном слое α -Fe после имплантации. 1 - доза $8 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$, 2 - $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, 3 - $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$

ванием сегрегаций примеси при данной температуре. В процессе имплантации ионы имеют следующую зарядность: $Ti^{+} = 6\%$, $Ti^{+2} = 82\%$, $Ti^{+3} = 12\%$ [14]. При увеличении дозы ионов Ti до $2 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ около поверхности максимум концентрации увеличивается незначительно (рис. 1). При возрастании дозы ионов Ti до $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ форма профилей изменяется, а именно наблюдается маленький максимум на глубине 18 нм и максимальное значение концентрации (55 ат.%) наблюдается на глубине, сдвинутой заметно дальше от поверхности. Этот сдвиг максимумов, по-видимому, обусловлен внедрением углерода в поверхность (из остаточной атмосферы) и образованием карбидов титана. Аналогичное поведение углерода типично для подобного типа источников [15]. Это подтвердилось дополнительным Оже-анализом образца α -железа, имплантированного титаном с дозой $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, показавшим высокую (до 20 ат.%) концентрацию углерода в слое железной матрицы глубиной до 50 нм. Другим фактором, ответственным за изменения в профилях концентрации легирующего элемента (Ti), является температура подложки при имплантации, которая возрастает до 230 С при дозе $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. КЭМС (конверсионные электронные мессбауровские спектры) исследования показали, что возрастание температуры приводит к сегрегации примесей в примесные кластеры и переходу карбидов Fe_2C в Fe_3C .

На рис. 2 приведены зависимости S -параметра ДУАII от энергии позитронов в α -железе, имплантированном титаном с дозами $2 \cdot 10^{17}$ и $5 \cdot 10^{17}$ ион/см², и в исходном необлученном образце.



Энергия пучка позитронов, кэВ

Рис. 2. Зависимости S -параметра (ДУАП), полученные для α -Fe с помощью пучка медленных позитронов $E = (0.2:30)$ кэВ. 1 - исходное состояние (870 С отжиг 4 часа), 2 - имплантированного ионами Ti дозой $2 \cdot 10^{17}$ $см^{-2}$, 3 - имплантированного ионами Ti дозой $5 \cdot 10^{17}$ $см^{-2}$

Наибольшее увеличение S -параметра в облученных образцах (0.02) по отношению к исходному состоянию наблюдается в области (2:50) нм, что обусловлено образованием в результате имплантации кластеров из вакансий железа (и комплексов вакансия плюс примесный атом углерода или титана). В слое толщиной (50-350) нм (рис. 2) изменения S -параметра значительно меньше (не более 0.01 даже для дозы облучения $5 \cdot 10^{17}$ ион/ $см^2$), что связано с формированием в процессе имплантации дислокаций и петель, являющихся по отношению к позитрону менее эффективным "ловушками" по сравнению с вакансиями и кластерами вакансий. Заметим, что максимальное увеличение значения S -параметра на 0.01 в области (50:350) нм в α -железе, имплантированном титаном с дозой $5 \cdot 10^{17}$ ион/ $см^2$, может соответствовать повышению плотности дислокаций в результате облучения от $5 \cdot 10^8$ до 7.5×10^9 $см^{-2}$ [16, 17].

На глубине более 400 нм величина S -параметра в имплантированном титаном α -железе даже при дозе облучения $5 \cdot 10^{17}$ ион/ $см^2$ практически не отличается от необлученного состояния (при дозе $2 \cdot 10^{17}$ ион/ $см^2$ величина S -параметра совпадает с таковой в исходном α -Fe уже начиная с глубины 150 нм (рис. 2). Следовательно, максимальная глубина слоя с повышенной концент-

рацией дефектов в результате имплантации α -железа титаном даже при высоких дозах облучения не превышает 350–400 нм и сравнима с максимальной глубиной пробега в железной матрице (92 нм) (рис. 1).

Отметим, что в случае имплантации α -железа ионами углерода и алюминия с дозами до $8 \cdot 10^{17}$ ион/см² глубина дефектного слоя не превышала 300 нм при длине пробега ионов 270 и 200 нм для алюминия и углерода соответственно. В настоящем исследовании нами не обнаружено влияния размера зерна на профили распределения дефектов и внедренных ионов при высокодозной имплантации α -железа ионами титана, углерода или алюминия.

Таким образом, результаты, полученные неразрушающими методами анализа (аннигиляция позитронов с использованием пучка медленных позитронов, резонансные ядерные реакции), показали, что в α -железе, облученном ионами титана с дозами (2–5) $\times 10^{17}$ ион/см² имеются две области (глубиной до 50 нм от облученной поверхности), где в каскадах соударений ионов образуются кластеры вакансий из атомов железа, комплексы вакансии + примесный атом титана (или углерода), и которая, согласно теории смещений, ближе к поверхности по отношению к проектно-му пробегу ионов. Вторая область, размеры которой зависят от дозы облучения (но лежат в пределах (50 : 350) нм), сформирована вторичными дефектами (петли вакансионного и межузельного происхождения, дислокации и субструктура дислокаций), которые образовались в результате релаксации остаточных напряжений, возникших за счет высокой концентрации (30 : 70) ат.%, внедренной при имплантации примеси.

Двугорбая структура профилей распределения внедренных ионов обусловлена многозарядностью ионов, сегрегацией внедренного элемента в кластеры за счет его высокой концентрации и повышения температуры подложки при имплантации. Глубина модифицированного (дефектного) слоя в результате высокодозной имплантации α -железа титаном не превышает (350 : 400) нм, а не составляет единицы или десятки микрон, как отмечается в [1–6].

Выражаем благодарность О. Забашта за помощь в измерении профилей распределения ионов Ti , имплантированных в α -железо.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] P a v l o v P.U., T e t e l b a u m D.J., S k u p o v U.D. // Phys. Stat. Sol. 1985. U. 94. P. 395–402.
- [2] П а в л о в П.В., С к у п о в В.Д., Т е т е л ь б а у м Д.И. // ФизХОМ. 1986, № 6. С. 19–24.
- [3] D i d e n k o A.N., L i g a c h e v A.E., S h a r k e e v Y.P., P u c h k a r e v a G.U., K o z l o v A.B., R y a b c h i k o v A.I. // Nucl. Instrum. and Meth. 1991. В 59/60. P. 441–445.

- [4] Zhang Tenghe, Ji Chenghan, Shen Jinglua, Yang Jiahua, Chen Jun, Gao Yuzun, Su Gui-ru. // Nucl. Instrum. and Meth. 1991. B 59/60. P. 828-831.
- [5] Бункин А.Ю., Гаврилов Н.В., Ивченко В.А., Крейнделъ Ю.Е., Кузнецова Л.Ю., Сюткин Н.Н. // ФММ. 1990. В. 1. С. 171-178.
- [6] Диденко А.Н., Лигачев А.Е., Куракин И.Б. Воздействие пучков заряженных частиц на поверхность металлов и сплавов. М.: Энергоатомиздат, 1987.
- [7] Ziegler L.F., Biersack J.P., Littmark U. The stopping and Range of Ion in Solid. N-Y: Pergamon, 1985.
- [8] Dearnley G. // Nucl. Instrum. and Meth. 1990. B50. P. 585-592.
- [9] Hirvonen J.K. // Material Sci. and Engineer. 1989. A 116. P. 157-164.
- [10] Ryabchikov A.I., Nasirov R.A. // Nucl. Instrum. and Meth. 1992. B 62. P. 48-52.
- [11] Brusar R.S., Dupasquier A., Grisenti R., Liu S., Oss S., Zecca A. // Phys. Conden. Mater. 1989. N 1. P. 5411-5419.
- [12] Mancoffer N., Hollinger G., Jafferic N., Marest G., Toussaint R. // Nucl. Instrum and Meth. 1985. B 7/8. P. 177-181.
- [13] Rangaswamy M., Farkas D., Solen H.L. // Nucl. Instrum. and Meth. 1987. B 19/20. P. 177-183.
- [14] Brown I.G. // Nucl. Instrum. and Meth. 1989. B 37. P. 68-72.
- [15] Pogrebnyak A.D., Tolopa A.M. // Nucl. Instrum and Meth. 1990. B 52. P. 25-43.
- [16] Pogrebnyak A.D., Sharkeev Yu.P., Makhmudov N.A., Perevalov G.P., Tukhtaev M. // Phys. Stat. Sol. 1991. A 123. P. 119-128.
- [17] Schultz P.I., Lynn K.G. // Rev. Mod. Phys. 1988. V. 60. P. 701-743.

Поступило в Редакцию
22 октября 1992 г.