

05.3; 10; 12

(C) 1992

## ИОННО-ЛУЧЕВОЕ СМЕШИВАНИЕ ДВУХСЛОЙНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СИСТЕМ $Al/Fe$ И $Fe-W$

И.Г. Мурзин, А.П. Куприй, Е.В. Колосова,  
И.А. Комаровский, Л.П. Чупятова

В последнее время повышенное внимание уделяется легированию поверхностных слоев металлов методом ионно-лучевого смешивания (ИЛС), позволяющим преодолеть некоторые принципиальные недостатки прямой ионной имплантации (ограничение на верхний предел вводимой примеси, необходимость использования экзотических источников ионов и т. д.) [1-3]. Характер и особенности распределения легирующих элементов в приповерхностных слоях  $Al/Fe$  в зависимости от термодинамических и баллистических параметров смешивания изучались в [2]. Было показано, что в системе  $Al$  на  $Fe$  ( $Al/Fe$ ) доминирующим механизмом смешивания является радиационно-стимулированная диффузия, а в системах  $Fe$  на  $W(Fe/W)$  и  $W$  на  $Fe$  ( $W/Fe$ ) смешивание, вероятно, осуществляется за времена „остывания” микрообъемов вещества, возбужденных ионной бомбардировкой (механизм термических пиков).

Целью данной работы являлась выработка критерия, позволяющего предсказывать направление преимущественного переноса элементов в системах, обладающих различными механизмами смешивания, а также установление влияния ИЛС на изменение структуры и фазового состава поверхности.

Методика приготовления и облучения двухслойных систем подробно описана в [2, 3]. Смешивание проводили ионами инертных газов ( $Ar^+$ ,  $Kr^+$  и  $Xe^+$ ) с энергиями в интервале от 120 до 250 кэВ и дозами до  $3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Концентрационные профили основных элементов по глубине получали с помощью Оже-спектроскопии (ОС) с послойным травлением. Структуру модифицированной поверхности изучали с использованием Мессбауэрской спектроскопии конверсионных электронов (МСКЭ) и рентгеновской дифракции (РД) в ассиметриченной брэгговской геометрии при скользящем падении пучка. Распределение энергии, внесенной ионами при облучении в упругих столкновениях с атомами мишени рассчитывалось с помощью программы ТРИМ.

Для установления критерия переноса элементов мы провели эксперимент в системах  $Fe/W$  и  $W/Fe$ , т. е. в системах с измененной последовательностью нанесения слоев. При этом все основные параметры смешивания [2] (средняя атомная масса системы  $M_{\text{ср.}}$ , критическая температура  $T_c$  и теплота смешивания  $\Delta H_{\text{mix}}$ ) остаются без изменения.

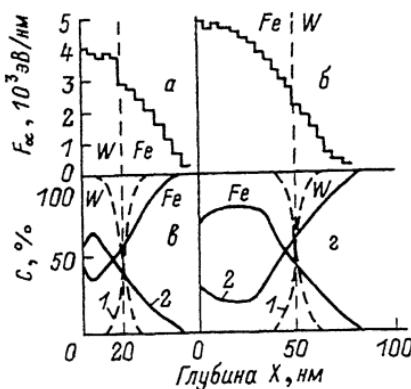


Рис. 1. Рассчитанные профили распределения внесенной энергии  $F_d(x)$  после облучения ионами  $Xe^+$  систем  $W(20 \text{ нм})/Fe$  (а) и  $Fe(50 \text{ нм})/W$  (б). На рис. 1 (в, г) даны распределения концентрации элементов по глубине в соответствующих системах до (1) и после (2) смешивания дозой  $3 \times 10^{16} Xe^+/\text{см}^2$ .

На рис. 1, а, б приведены профили внесенной энергии  $F_d(x)$ , рассчитанные с учетом передачи энергии в субкаскадах с помощью программы ТРИМ для смешивания систем  $Fe(20 \text{ нм})/W$  и  $W(50 \text{ нм})/Fe$  ионами  $Xe^+$  с энергией 240 и 250 кэВ, соответственно. Видно, что несмотря на смену чередования слоев значение внесенной энергии вблизи внутренней границы раздела  $F_{d,gr}$  больше для верхнего слоя обеих систем, чем для материалов основ (рис. 1, а, б). Из рис. 1, в, г следует, что в результате облучения в обеих системах имеет место преимущественное проникновение элемента основы ( $Fe$  в системе  $W/Fe$  и  $W$  в системе  $Fe/W$ ) в пленку и его накопление на поверхности образца. Сопоставление концентрационных профилей с распределениями внесенной энергии показывает, что преимущественное распространение элементов происходит в сторону слоя с большим значением внесенной энергии, т. е. с более высокой концентрацией радиационных дефектов.

Для подтверждения данного предположения провели эксперимент в системе  $Al/Fe$ . При этом смешивание проводилось ионами  $Ar^+$ ,  $Kr^+$  и  $Xe^+$  (в порядке увеличения их атомных масс) с энергией 120, 160 и 80 кэВ, соответственно. Расчет внесенной энергии показал, что при облучении  $Ar^+ F_{d,gr}(Al) \approx F_{d,gr}(Fe) \approx 9 \times 10^2 \text{ эВ/нм}$ ,  $Kr^+ F(Al) \approx 1.9 \cdot 10^3 \text{ эВ/нм} < F_{d,gr}(Fe) \approx 2.5 \cdot 10^3 \text{ эВ/нм}$  и  $Xe^+ F_{d,gr}(Al) \approx 1.1 \cdot 10^3 < F_{d,gr}(Fe) \approx 2 \cdot 10^3 \text{ эВ/нм}$ . В первом случае ионная бомбардировка приводит к равномерному взаимному проникновению элементов из одного слоя в другой (толщина смешанного слоя  $\delta \approx 10 \text{ нм}$ ), увеличивающемуся с ростом дозы облучения. При воздействии ионами  $Kr^+$  и  $Xe^+$  размеры смешанных областей при аналогичных дозах облучения значительно больше ( $\delta \approx 30-40 \text{ нм}$ ), а смешивание происходит путем преимущественного проникновения атомов  $Al$  в железную матрицу. Таким образом, подтверждается предположение о преимущественном переносе элементов в слой с

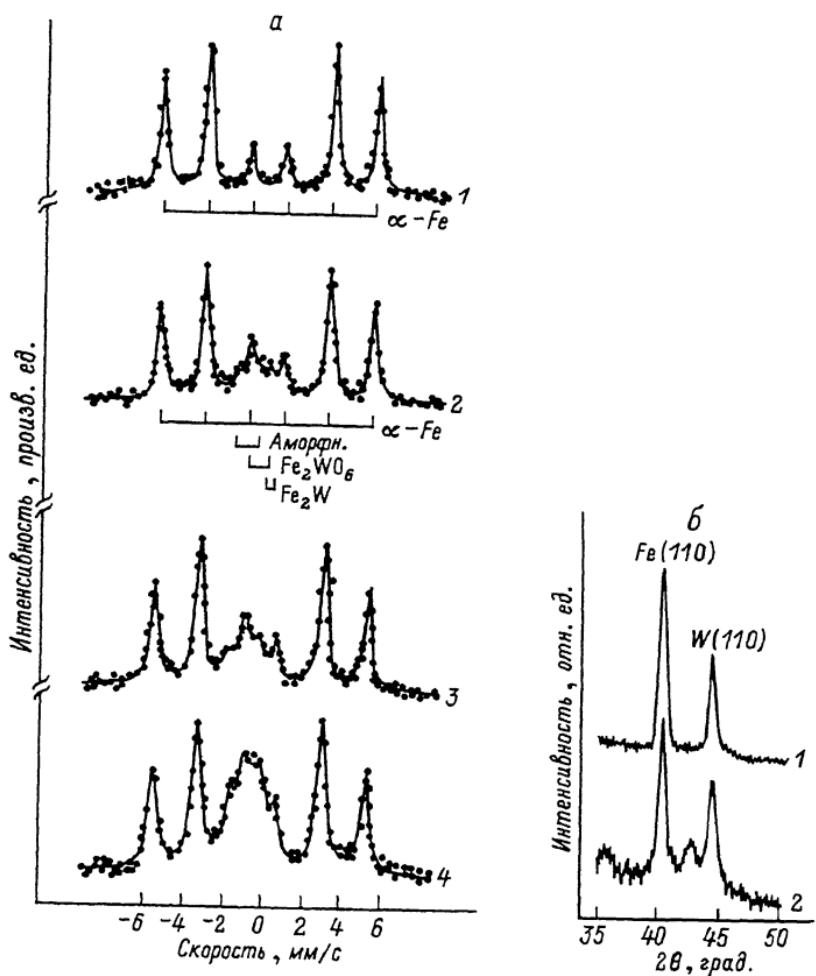


Рис. 2.(а) Спектры конверсионных электронов системы  $Fe/W$  до (1) и после смещивания ионами  $Xe^+$  с энергией 250 кэВ, плотностью тока  $0.3 \text{ мкА}/\text{см}^2$  и дозами  $7 \times 10^{15}$  (2),  $1 \cdot 10^{16}$  (3) и  $3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  (4). б) Кривые РД исходной (1) и облученной (2) ( $E=250 \text{ кэВ}, \Phi=3 \cdot 10^{16} \text{ } Xe^+/\text{см}^2$ ) системы  $Fe/W$ .

большим значением  $F_{d,lp}$ , т. е. с более высокой концентрацией радиационных дефектов.

О возможном образовании соединений в модифицированной поверхности системы  $Fe/W$  свидетельствуют области с примерно постоянной концентрацией элементов, отвечающие составу  $Fe_{80}W_{20}$  (рис. 1, г). На основании результатов анализа мессбауэровских спектров (рис. 2, а) и данных рентгеноструктурных исследований (рис. 2, б) установлено, что в поверхности исходного образца содержится фаза  $\alpha$ - $Fe$ , а в образцах после ИЛС-аморфная фаза и, вероятно, фазы  $Fe_2W$  и  $Fe_2WO_6$ . С ростом дозы облучения содержание  $\alpha$ - $Fe$  уменьшается, а других фаз возрастает (см. таблицу). Путем снятия кривых РД в интервале углов падения рентгеновского пучка  $\alpha$  от 0.1 до  $5^\circ$  установлено, что образующиеся

Т а б л и ц а

Параметры Мёссбауэровских спектров системы  $Fe/W$  до и после ИЛС.  $\Delta S$  – изомерный сдвиг,  $\Delta S$  – квадрупольное расщепление. Г – ширина линии,  $S$  – вклад фазы в Мёссбауэрский спектр

Образец	Предполагаемая фаза	$\Delta S$ мм/с	$\Delta S$ мм/с	Г мм/с	$S$ %
Исходный	$\alpha$ -Fe	0	0	0.46	100
$7 \cdot 10^{15}$	$Fe_2W$	-0.22	+0.27	0.46	2.5
	$Fe_2WO_6$	+0.39	+0.82	0.46	2.0
	Ам. фаза	+0.95	+1.12	0.79	10.5
	$\alpha$ -Fe	0	0	0.45	85
$1 \cdot 10^{16}$	$Fe_2W$	-0.22	+0.27	0.46	2.5
	$Fe_2WO_6$	+0.39	+0.82	0.46	3.0
	Ам. фаза	+0.96	+1.18	0.78	14
	$\alpha$ -Fe	0	0	0.46	80.5
$3 \cdot 10^{16}$	$Fe_2W$	-0.22	+0.27	0.46	6
	$Fe_2WO_6$	+0.39	+0.82	0.46	5
	Ам. фаза	+0.90	+1.08	0.64	19
	$\alpha$ -Fe	0	0	0.54	70

фазы лежат в приповерхностном слое толщиной 10–50 нм, что согласуется с данными ОС.

Расчетная температура разогрева образцов во время имплантации, оцененная для наиболее неблагоприятного случая отсутствия теплоотвода, не превышала  $100^{\circ}\text{C}$  [4]. Оценки также показывают, что различие в теплопроводности материалов пленки и основы ( $k = 73$  и  $134$  Вт/м град для  $Fe$  и  $W$ , соответственно) не должно приводить к заметному повышению температуры в приповерхностном слое [5]. Поэтому, образование фаз  $Fe_2W$  и  $Fe_2WO_6$ , присущих на равновесных фазовых диаграммах и обладающих высокими температурами плавления ( $T_{\text{пл}} \approx 1000^{\circ}\text{C}$ ), может объясняться радиационной диффузией атомов  $Fe$ ,  $W$  и  $O$  внутри объемов каскадов атомных столкновений на стадии „остывания” термических пиков. Наличие кислорода в образующейся фазе  $Fe_2WO_6$ , по-видимому, связано с его имплантацией с поверхности пленки в глубь мишени по механизму прямых отдач на глубину  $\approx 20$  нм. Атомы кислорода, возможно, также стабилизируют аморфную фазу, формирование которой согласуется с известным критерием аморфизации при ИЛС [6]. Согласно данному критерию, система  $Fe-W$ , обладая нулевой теплотой смешивания  $\Delta H_{\text{mix}}$  [7] и максимально возможным концентрационным интервалом аморфизации, равным 65%, относится к „промежуточному” классу, в котором образование аморфных фаз возможно, но не обязательно.

## Список литературы

- [1] Was G. // Progress in Surface Science. 1990. V. 32. N 2. P. 211-332.
- [2] Чупягова Л.П., Комаровский И.А., Пекшева Т.Е., Мурзин И.Г. // Поверхность. 1991. № 6. С. 113-120.
- [3] Чупягова Л.П., Мурзин И.Г., Пекшева Т.Е., Комаровский И.А. // Письма в ЖТФ. 1991. Т. 17. В. 15. С. 69-72.
- [4] Риссель Х., Руге И. Ионная имплантация. М.: Наука, 1983. 380 с.
- [5] Yadava R.D.S. // Rad. Eff. 1982. V. 63. P. 231-236.
- [6] Liu B.X. // Nucl. Instr. & Meth. in Phys. Res. 1989. (b). V. 40/41. N 2. P. 603-607.
- [7] Boom R., De Boer F.R., Niessen A.K., Miedema A.R. // Physica. 1983. (b). V. 115. N 2. P. 285-309.

Московский институт стали и сплавов  
МГУ им. М.В. Ломоносова

Поступило в Редакцию  
23 июня 1992 г.