Кристаллизация пленок железо—углерод, инициированная электронным пучком

© С.М. Жарков, Л.И. Квеглис

Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук, 660036 Красноярск, Россия

E-mail: zharkov@iph.krasn.ru

(Поступила в Редакцию в окончательном виде 15 сентября 2003 г.)

Исследована структура, сформировавшаяся в нанокристаллических пленках железо—углерод в результате воздействия пучка электронов. Наблюдалась взрывная кристаллизация (ВК), протекающая со скоростью до 1 cm/s с формированием дендритных и ячеисто-дендритных нестабильностей. Показано, что зависимость между скоростью роста дендритных ветвей (или ячеек) при ВК и радиусом закругления кончиков дендритных ветвей может быть качественно описана уравнениями, применяемыми для расчета роста кристаллов в переохлажденном расплаве. Для объяснения механизма ВК использована модель жидкой зоны, формирующейся на фронте кристаллизации. Показано, что жидкая зона появляется за счет энергии, запасенной в пленке в нанокристаллическом состоянии. Предполагается, что эта энергия аккумулирована за счет энергии упругих напряжений.

Работа выполнена при финансовой поддержке Шестого конкурса-экспертизы научных проектов молодых ученых РАН (1999 г., грант № 56), Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 00-02-17358a, 03-02-16052a) и INTAS (грант N 00-100).

1. Введение

Материалы с нанокристаллической структурой обладают уникальными физическими свойствами и поэтому являются объектом пристального внимания исследователей [1]. Нанокристаллический материал представляет собой особое состояние конденсированного вещества с высокой степенью неравновесности. Вопрос о термической устойчивости нанокристаллического состояния при кристаллизации под воздействием однородного или локального нагрева является одним из наиболее интересных и важных как с теоретической, так и с прикладной точки зрения. В условиях достаточно плохого теплоотвода становится возможным самоускорением процесса кристаллизации. В результате интенсивного выделения скрытой теплоты происходит значительный саморазогрев фронта кристаллизации, который приобретает вид теплового домена, движущегося со скоростью до нескольких десятков метров в секунду. При этом возможно появление жидкой зоны на фронте кристаллизации. Кристаллизация образца в таком режиме обычно называется взрывной [2].

Впервые взрывная кристаллизация (ВК) наблюдалась на аморфном германии. Исследовалась кристаллизация, инициированная импульсным лазерным излучением [3], термическим нагревом [4], а также механическим ударом [5]. ВК под действием импульсного лазерного облучения происходила на аморфных пленках (In, Ga)Sb. В результате облучения импульсами длительностью $\sim 10^{-7}\,\mathrm{s}$ в аморфных пленках (со скоростью до 5 m/s) формировались локальные поликристаллические области [6]. В работах [7–9] сообщалось о наблюдении ВК аморфных пленок Fe—Ni, Dy—Co, Pr—Ni, Fe, инициированной пучком электронов. В результате кри-

сталлизации формировались дендритные структуры различного типа.

Характер нестабильностей, возникающих на границе раздела фаз в процессе кристаллизации, изменяется в зависимости от условий протекания процесса. При условии, что скорость движения фронта кристаллизации невелика и теплоотвод идеален, фронт кристаллизации будет "гладким". В случае стационарного роста в переохлажденном расплаве любой выступ, появившийся на фронте кристаллизации, должен исчезнуть, обеспечив таким образом "гладкость" фронта. При нестационарном росте увеличение степени переохлаждения приводит к тому, что на "гладком" фронте кристаллизации появляются нестабильности, характерные для кристаллизации из расплава: небольшие синусоидальные возмущения типа Секерки-Маллинса, дендритные нестабильности, ячеистая структура фронта [10] и фрактальные кластеры, описываемые моделью Виттена-Сандера [11,12]. Механизмы формирования различных нестабильностей в процессе роста кристаллов рассмотрены в работах Лангера [10,13].

В настоящей работе исследуется кристаллизация нанокристаллических пленок железо—углерод, инициируемая пучком электронов в просвечивающем электронном микроскопе. Проводится анализ зависимости параметров микроструктуры, формирующейся в процессе кристаллизации, от скорости последней. Ранее уже сообщалось об исследовании дендритных структур, сформировавшихся в результате термического отжига пленок в вакууме, в пленках, полученных по этой же технологии [14–16], о фрактальном окислении таких пленок на воздухе под действием импульсного лазерного облучения [17], а также о ВК под действием электронного пучка [18].

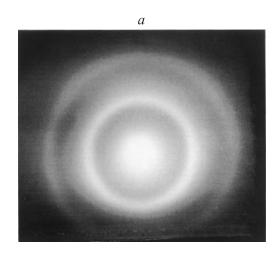
2. Методы получения и исследования образцов

Пленки железо-углерод с содержанием углерода ≈ 20 at.% получены методом импульсно-плазменного испарения в вакууме 10^{-6} Torr на различные подложки (NaCl, MgO, LiF). Метод получения описан в работах [16,19]. Химический состав определялся методом Оже-спектроскопии. Толщина исследованных пленок составляла 20-50 nm. Микроструктура и фазовый состав пленок исследовались с помощью просвечивающего электронного микроскопа ПРЭМ-200, а также рентгеноструктурными методами с использованием рентгеновского синхротронного излучения ($\lambda = 1.7482 \, \text{Å}$). Пленки отделялись от подложек в воде или в растворе плавиковой кислоты и помещались на электронно-микроскопические объектные поддерживающие сеточки. Кристаллизация в пленках инициировалась пучком электронов в просвечивающем электронном микроскопе в режиме электронно-микроскопических исследований при ускоряющем напряжении $125 \,\mathrm{kV}$ и токе пучка $50-75 \,\mu\mathrm{A}$.

3. Результаты исследований

Картины дифракции электронов, полученные от пленок железо—углерод в исходном состоянии, представляют собой диффузные гало (рис. 1,a). При этом первый дифракционный рефлекс имеет интенсивность намного большую, чем последующие. Данный факт свидетельствует о том, что исследуемые пленки имеют нанокристаллическую структуру. Рентгеновские исследования фиксируют только один сильно уширенный рефлекс (рис. 1,b). Для различных образцов уширение рентгеновского дифракционного пика ($\Delta 2\theta$) составляет $2-3^{\circ}$.

В процессе электронно-микроскопических исследований под действием электронного пучка в некоторых пленках наблюдалась кристаллизация, проходящая взрывным путем. Следует особо отметить, что мощность электронного пучка, падающего на образец, соответствовала стандартному режиму электронно-микроскопических исследований. Скорость кристаллизации, определенная визуально в процессе исследований, изменялась от образца к образцу и достигала 1 cm/s. Типичное электронно-микроскопическое изображение пленки после такой кристаллизации представлено на рис. 2. Процесс кристаллизации проходил следующим образом. Вначале появлялся центр кристаллизации, от которого в разные стороны начинали расходиться ветви, имеющие дендритную структуру. Эти ветви в свою очередь инициировали появление новых центров кристаллизации. Скорость распространения ветвей для структуры, изображенной на рис. 2, составляла ≈ 0.25 cm/s. В результате кристаллизации часть пленки покрывалась дендритными структурами. На вставке к рис. 2 приведена картина дифракции электронов, полученная методом микродифракции от одной дендритной ветви. Электронограмма



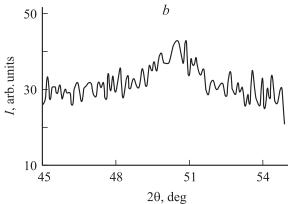


Рис. 1. Картина дифракции электронов (a) и рентгенограмма (b), полученные от пленки железо—углерод в исходном состоянии.

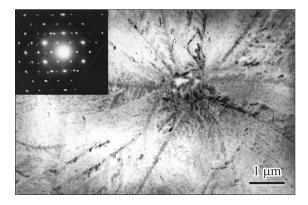


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение дендритного кристалла, сформировавшегося под действием пучка электронов в исходной пленке железо—углерод. На вставке приведена электронограмма, полученная методом микродифракции от одной дендритной ветви.

имеет точечный вид и не соответствует ни одной из известных структур как чистого железа, так и соединений железо—углерод. Дифракционные рефлексы на электронограммах, полученных от незакристаллизовавшихся

участков пленки, по-прежнему имели вид диффузных гало.

В том случае, если не удавалось реализовать ВК в исходном состоянии, пленки отжигались в вакууме при $T_{\rm ann} = 100 - 150^{\circ}{\rm C}$ в течение 30 min. Электронограммы, полученные от пленок после отжига, не отличались от электронограмм в исходном состоянии (рис. 1, a). Такие пленки снова подвергались воздействию электронного пучка, и, как правило, наблюдалась кристаллизация. Электронно-микроскопическое изображение пленок после такой кристаллизации представлено на рис. 3. На вставке к рис. 3 приведена электронограмма, полученная методом микродифракции от одной ячейки. Процесс кристаллизации проходил следующим образом. Вначале в пленке наблюдался рост ячеек со скоростью ~ 0.01 cm/s (рис. 3, слева). В дальнейшем возникали и развивались вторичные нестабильности дендритного типа. В результате часть пленки оказывалась покрытой дендритными структурами (рис. 3, справа),

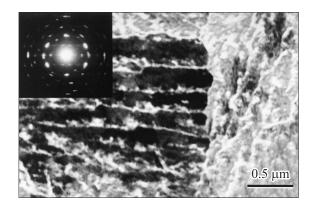


Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение ячеистодендритной структуры, сформировавшейся под действием пучка электронов в отожженной ($T_{\rm ann}=100^{\circ}{\rm C}$) в вакууме пленке железо—углерод. На вставке приведена электронограмма, полученная методом микродифракции от одной ячейки.

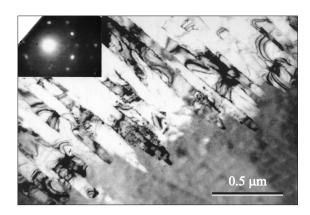


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение структуры, сформировавшейся в исходной пленке железо—углерод под действием механического удара. На вставке приведена электронограмма, полученная методом микродифракции от одной ячейки.

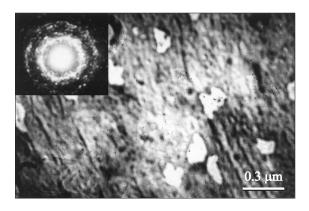


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение структуры, сформировавшейся в исходной пленке железо—углерод под действием пучка электронов в течение 15 min. На вставке приведена электронограмма, полученная методом микродифракции от области $\approx 0.5 \, \mu \mathrm{m}$.

идентичными наблюдавшимся при кристаллизации из расплава пленок Fe—Ni [20]. Со временем за счет роста вторичных нестабильностей дендритного типа происходило разрушение ячеистой структуры.

На рис. 4 представлено электронно-микроскопическое изображение структуры, сформировавшейся после воздействия механического удара. На электронограмме (см. вставку на рис. 4), полученной методом микродифракции от области $\approx 0.5\,\mu\text{m}$, видны точечные рефлексы, расположенные так же, как на электронограмме, приведенной на рис. 3.

И наконец, наблюдалась еще одна группа пленок. ВК на них не возникало ни в исходном состоянии, ни после отжига при $T_{\rm ann}=100-150^{\circ}{\rm C}$. Однако если такие пленки подвергнуть воздействию пучка электронов (ускоряющее напряжение $125 \,\mathrm{kV}$; ток пучка $50-75 \,\mu\mathrm{A}$; конденсорная диафрагма удалена), то приблизительно через 5-10 min начинается процесс кристаллизации. Эта кристаллизация протекает с небольшой скоростью, и в результате формируется структура, состоящая из частиц размером 30-150 nm. На рис. 5 представлено электронно-микроскопическое изображение структуры, сформировавшейся после воздействия пучка электронов в течение 15 min. На электронограмме (см. вставку на рис. 5), полученной методом микродифракции от области $\approx 0.5 \, \mu \text{m}$, на месте диффузных гало наблюдается множество точечных рефлексов, расположенных произвольным образом.

4. Обсуждение результатов

Если допустить, что размытие дифракционного пика на рентгенограмме (рис. 1, b) вызвано только размерным эффектом, размер кристаллитов, составляющих пленку в исходном состоянии, может быть рассчитан по формуле

IIIepepa [21]
$$\Delta 2\theta = \frac{\lambda}{L\cos\theta_0}, \tag{1}$$

где $\Delta 2\theta$ — ширина дифракционного пика (rad), λ — длина волны рентгеновского излучения (Å), θ_0 — дифракционный угол (deg), L — размер кристаллитов (Å). При $\Delta 2\theta = 3^\circ$, $\lambda = 1.7482\,\text{Å}$, $\theta_0 = 25^\circ$ максимальный размер кристаллитов составит $\approx 37\,\text{Å}$. Это подтверждает предположение о нанокристаллической структуре пленок, высказанное в начале работы на основе анализа интенсивности дифракционных рефлексов на электронограмме (рис. 1,a).

Отметим, что кристаллизация, проходящая невзрывным путем (рис. 5), является следствием нагрева электронным пучком в течение 15 min, при этом сформировалась структура, состоящая из разориентированных микрокристаллитов. Это подтверждается хаотично расположенными на электронограмме (см. вставку на рис. 5) точечными рефлексами. В случае ВК процесс кристаллизации проходил за время намного меньше или порядка секунды, однако при этом формировались структуры, имеющие дендритный (рис. 2) или ячеистый вид (рис. 3) и состоящие из когерентно-ориентированных микрокристаллитов. Об этом свидетельствуют точечные электронограммы с правильным расположением дифракционных рефлексов (см. вставки на рис. 2, 3). Если скорость кристаллизации и внешний вид структуры, сформировавшейся в случае медленной кристаллизации (рис. 5), могут быть объяснены диффузионными процессами [22], то объяснить формирование дендритных (рис. 2) или ячеистых (рис. 3) нестабильностей, а тем более величину скорости ВК с помощью процессов диффузии невозможно. Известные для нанокристаллических материалов коэффициенты диффузии достигают очень больших значений ($\sim 10^{-6}\,\mathrm{cm^2/s}$) [1]. Однако, согласно [23], это может обеспечить скорость роста не более $0.2 \,\mu\text{m/s}$, что на несколько порядков меньше значений, наблюдающихся в данной работе.

Внешний вид дендритной (рис. 2) и ячеисто-дендритной (рис. 3) структур, наблюдаемых после ВК нанокристаллических пленок железо—углерод, соответствует росту кристаллов в переохлажденном расплаве [10,13,24]. Как уже упоминалось, при ВК возможно образование жидкой зоны, движущейся впереди фронта кристаллизации [2,7]. Присутствие жидкой зоны делает возможным появление различных неустойчивостей, в том числе дендритных и ячеистых нестабильностей, характерных для кристаллизации из расплава.

Как показано в работе Иванцова [25], стационарной формой кристаллической иглы, растущей в переохлажденном расплаве, является параболоид вращения. При некотором радиусе закругления вершины иглы $r=r_0$ скорость движения иглы будет максимальной. С ростом степени переохлаждения $(T_{k,\infty}-T_0)$, где $T_{k,\infty}$ — температура поверхности иглы, T_0 — температура расплава $(T_0-T_{k,\infty})$, экспериментально наблюдается

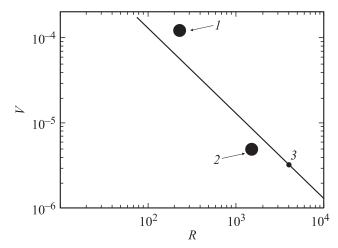


Рис. 6. Безразмерная скорость роста кристалла V в переохлажденном расплаве как функция радиуса закругления кончика кристаллической иглы R [10]. Сплошная линия — расчет [10] на основании уравнения Иванцова. I, 2 — данные для пленок железо—углерод со структурами, приведенными на рис. 2 и 3 соответственно, исследованных в настоящей работе, 3 — данные, полученные в [10] на основе эксперимента.

увеличение скорости роста и уменьшение толщины иглы. Игла, имеющая радиус закругления кончика r_0 и движущаяся с максимально возможной при заданном переохлаждении $(T_{k,\infty}-T_0)$ скоростью v_{\max} , будет наиболее устойчивой. Действительно, если на кончике такой иглы появится выступ, то, поскольку скорость его роста будет всегда меньше v_{max} , он постепенно исчезнет, и, следовательно, игла сохранит свою первоначальную форму. Таким образом, следует ожидать, что наиболее вероятной формой иглы будет такая, которая обеспечит ей максимальную скорость роста. На рис. 6 приведена рассчитанная в работе [10] на основании уравнения Иванцова зависимость от скорости радиуса закругления кончика кристаллической иглы, растущей в переохлажденном расплаве. Вместо термина "кристаллическая игла" будем пользоваться терминами "дендритная ветвь" и "ячейка". На основании полученных в настоящей работе экспериментальных данных по ВК нанокристаллических пленок железо-углерод можно оценить безразмерную скорость дендритного или ячеистого роста (V) и безразмерный радиус закругления кончика дендритной ветви или ячейки (R): $V = v d_0/2D$, $R=r/d_0$, где v — скорость роста дендритной ветви или ячейки (cm/s), d_0 — капиллярная длина ($\sim 10^{-8}$ cm), D — коэффициент диффузии ($\sim 10^{-5} \, {\rm cm^2/s}$), r — радиус закругления кончика дендритной ветви или ячейки (ст). Значение капиллярной длины d_0 взято из работы [10], коэффициент диффузии D стандартный для расплавленных металлов [26]. Зависимости, приведенные на рис. 6, построены для безразмерного переохлаждения $\Delta = (T_m - T)C_p/Q = 0.05$, где T_m — температура плавления, T — температура переохлажденного расплава, C_{n} — коэффициент теплоемкости, Q — скрытая теплота.

Если теперь рассчитать значения безразмерных величин V и R, соответствующие нашему эксперименту, и отметить эти значения на рис. 6, то можно качественно оценить соответствие уравнений, описывающих процессы кристаллизации в переохлажденном расплаве, процессам ВК в исследованных пленках. Дендритная структура, изображенная на рис. 2, характеризуется следующими параметрами: $v \approx 0.25$ cm/s, r = 15-25 nm. Для ячеистой структуры, изображенной на рис. 3, $v \approx 0.01 \, \mathrm{cm/s}, \; r = 100 - 160 \, \mathrm{nm}.$ Для дендритной структуры, приведенной на рис. 2, в случае максимального радиуса закругления кончика дендритной ветви $r = 2.5 \cdot 10^{-6} \,\mathrm{cm}$ R = 250, $V = 1.25 \cdot 10^{-4}$ (точка 1 на рис. 6). Для ячеистой структуры, представленной на рис. 3, при максимальном значении радиуса закругления кончика ячейки $r = 1.6 \cdot 10^{-5}$ cm R = 1600, $V = 5 \cdot 10^{-6}$ (точка 2 на рис. 6). Видно, что определенные в данной работе экспериментальные значения (рис. 6) приближаются к кривой, полученной на основании уравнения Иванцова. По-видимому, зависимость между скоростью роста и радиусом закругления кончиков дендритных ветвей (или ячеек) при ВК в исследованных пленках может быть качественно описана зависимостями для случая роста кристаллической иглы в переохлажденном расплаве.

Для того чтобы построить зависимости, реально соответствующие данному эксперименту, необходимо знать точные значения величин, входящих в уравнения (капиллярная длина, коэффициент диффузии, степень переохлаждения, коэффициент теплоемкости, скрытая теплота и т.д.). Точное определение перечисленных выше величин является отдельной трудновыполнимой задачей, поскольку эти характеристики нелинейно зависят от многих параметров: температурных градиентов по поверхности пленки, толщины пленки, структурных и концентрационных неоднородностей и т.д.

Согласно проведенным оценкам, локальная температура пленок, обеспечиваемая действием пучка электронов при инициировании ВК в нанокристаллических пленках железо-углерод, не поднималась выше 200-250°C. В результате ВК формировались структуры, подобные тем, которые наблюдались после отжига пленок в вакууме при $T_{\rm ann}=300^{\circ}{\rm C}$ [14–16], а также после механического воздействия. Следовательно, для инициирования процесса ВК в исследованных пленках требуется намного меньше энергии, чем необходимо для плавления пленки [15]. Качественное совпадение экспериментальных результатов с зависимостями, характерными для роста кристаллов в переохлажденном расплаве, свидетельствует о том, что на фронте кристаллизации присуствует жидкая зона. Благодаря ее присутствию появляются условия для наблюдения дендритных и ячеистых нестабильностей. По-видимому, она возникла вследствие высвобождения энергии, запасенной в пленке в исходном состоянии. Эта энергия должна быть, как минимум, достаточной для плавления (поверхностного плавления [27,28], квазиплавления [29]) нанокристаллических частиц, составляющих пленку.

Механизм протекания ВК в исследованных пленках предположительно следующий. В результате воздействия пучка электронов появляются центры кристаллизации. На фронте кристаллизации возникает жидкая зона, далее кристаллизация самоподдерживающимся образом распространяется по пленке. Самоподдерживающийся, или автоволновой, характер движения фронта кристаллизации определяется тем, что в процессе кристаллизации на границе раздела двух фаз (твердой и жидкой) происходит выделение запасенной в пленке энергии. В процессе ВК наночастицы, оплавляясь по краям, подстраиваются друг к другу, формируя дендритные или ячеистые структуры. Такие структуры проявляют масштабную инвариантность и, не обладая трансляционной симметрией, позволяют формироваться точечным электронограммам. Предлагаемая модель кристаллизации может объяснить, каким образом за столь короткий промежуток времени из структурно неупорядоченного нанокристаллического состояния сформировались структуры, имеющие дендритный (или ячеистый) вид и обусловливающие точечные электронограммы, подобные характерным для монокристаллов. Точечные рефлексы на электронограмме (рис. 2) достаточно четкие, что свидетельствует о совершенстве полученной кристаллической структуры.

Известно, что при ВК скорость движения фронта кристаллизации на отдельных образцах достигает 1-50m/s. Однако наличие примесных атомов в материале может на порядки замедлить скорость кристаллизации [2]. Максимальные скорости ВК наблюдались на чистых материалах или на материалах с небольшим содержанием примесей (1-2 at.%). Скорость кристаллизации пленок, исследованных в настоящей работе, не превышает 1 cm/s. При этом пленки содержат ≈ 20 at.% углерода, что вполне объясняет относительно небольшие скорости ВК. Наиболее вероятно, что в исходном состоянии часть атомов углерода находится на поверхности наночастиц железа [15,16], другая часть входит в состав твердых растворов внедрения, не реализующихся в равновесном состоянии в системе железо-углерод [14-16].

В работах [30,31] показано, что пленки обладают высоким уровнем ориентированных и неориентированных напряжений, которые могут превосходить предел прочности материала в массивном состоянии. Прочность металлических пленок обычно связана с высокой дефектностью структуры и может в несколько раз превышать прочность соответствующих массивных материалов. Известно [32], что структурно-неравновесные области в амофрных и нанокристаллических образцах отличаются по энергии от основного (термодинамически равновесного) состояния на "энергию напряжения" с характерными значениями 5—20 kJ/mol. Такой энергии вполне достаточно для того, чтобы обеспечить появление жидкой зоны в процессе структурной перестройки

при ВК. Можно предположить, что энергия того же порядка аккумулирована в нанокристаллических пленках железо-углерод, исследованных в данной работе. Доказательством в пользу такого предположения может служить большое число изгибных экстинкционных контуров, присутствующих на электронно-микроскопическом изображении (рис. 4). Изгибные контуры свидетельствуют об искривлении атомных плоскостей под действием внутренних напряжений. Радиус искривления кристаллической решетки, рассчитанный на основе анализа изгибных контуров [33], составляет $\approx 1 \,\mu\text{m}$. Из сравнения электронограмм, приведенных на рис. 3 и 4, следует, что атомный порядок, сформировавшийся при кристаллизации в результате механического удара (рис. 4), такой же, как при кристаллизации под действием электронного пучка (рис. 3).

Степень неравновесности нанокристаллических пленок (т.е. количество запасенной в них энергии) задается технологическими условиями в процессе их формирования. При этом неравновесные и неоднородные условия приводят к тому, что на разных пленках или даже в пределах одной пленки могут наблюдаться кристаллизационные процессы, приводящие к формированию структур различного типа (дендритных, ячеистых). Эти структуры в различных пленках формируются с неодинаковой скоростью. Скорость кристаллизации определяется степенью переохлаждения расплава на фронте ВК и соответственно количеством энергии, запасенной в пленке. Определение абсолютного значения степени переохлаждения и, следовательно, точного значения скрытой теплоты является отдельной сложной задачей. Однако очевидно, что в пленках, в которых вследствие технологических условий в процессе их получения было аккумулировано больше энергии, реализуется ВК с формированием дендритных структур (рис. 2), протекающая с большей скоростью и требующая меньше энергии для инициирования. В менее энергонасыщенных пленках для инициирования процесса кристаллизации требуется больше энергии, и она протекает с меньшей скоростью с образованием ячеистых структур (рис. 3). В еще менее энергонасыщенных пленках кристаллизация наблюдается только после длительного прогрева электронным пучком и проходит невзрывным путем без формирования ячеисто-дендритных структур. И наконец, в относительно равновесных образцах под действием электронного пучка с данной мощностью рост кристаллов в принципе не реализуется.

Формирование дендритных и ячеистых нестабильностей при ВК является яркой иллюстрацией процессов самоорганизации в неравновесных системах [34]. Особенно часто они наблюдаются вдали от состояния равновесия в условиях нарастающей неустойчивости таких систем. Необходимо различать явления организации и самоорганизации, полагая, что самоорганизация представляет собой самопроизвольный процесс структурообразования в открытых неравновесных системах, протекающий за счет внутренних источников самой

системы. Процессы организации протекают за счет внешних энергетических источников. В нашем случае невзрывная кристаллизация происходит за счет пучка электронов (т. е. внешнего источника энергии) и соответствует организации. Взрывная кристаллизация — пример самоорганизации, так как хотя ВК и инициируется пучком электронов, но далее осуществляется за счет энергии, аккумулированной в самой пленке.

5. Заключение

Таким образом, в настоящей работе показано, что в нанокристаллических пленках железо-углерод под действием электронного пучка может реализовываться как обычная, так и взрывная кристаллизация. ВК протекает со скоростью до 1 cm/s с формированием дендритных или ячеисто-дендритных нестабильностей. Электронограммы, полученные от пленок после ВК, имеют точечный вид и не соответствуют ни одной из известных структур как чистого железа, так и соединений железо-углерод. Предлагается модель кристаллизации, объясняющая, каким образом за столь короткий промежуток времени из структурно неупорядоченного нанокристаллического состояния формируются наблюдаемые структуры с точечными электронограммами, подобными характерным для монокристаллов. Зависимость между скоростью роста дендритных ветвей (или ячеек) при ВК и радиусом закругления кончиков дендритных ветвей (или ячеек) качественно описывается уравнениями, применяемыми для расчета роста кристаллов в переохлажденном расплаве. Выявлена характерная для кристаллизации в переохлажденном расплаве закономерность: чем больше скорость роста, тем меньше радиус закругления кончика дендритной ветви (или ячейки). Это позволяет утверждать, что ВК в исследованных пленках проходит с образованием жидкой фазы на фронте кристаллизации. Жидкая зона формируется не в результате внешнего воздействия, а за счет энергии, аккумулированной в пленке в нанокристаллическом состоянии. Сделано предположение, что способ кристаллизации, реализующийся под действием электронного пучка, определяется количеством энергии, запасенной в пленке в исходном состоянии.

Авторы благодарны В.С. Жигалову за предоставленные для исследований образцы и помощь в проведении эксперимента, С.В. Мытниченко и А.В. Бессергеневу за помощь в проведении рентгеноструктурных исследований, В.Г. Кеслеру за исследование химического состава пленок, а также В.Г. Мягкову за обсуждение результатов.

Список литературы

- [1] H. Gleiter. Prog. Mater. Sci. 33, 223 (1989).
- [2] В.А. Шкловский, В.М. Кузьменко. УФН 157, 2, 311 (1989).
- [3] R. Messier, T. Takamori, R. Roy. Solid State Commun. **16**, *3*, 311 (1975).

- [4] R. Koba, C.E. Wickersham. Appl. Phys. Lett. 40, 8, 672 (1982).
- [5] A. Mineo, A. Matsuda, T. Kurosu, M. Kikuchi. Solid State Commun. 13, 9, 1307 (1973).
- [6] C.E. Wickersham, G. Bajor, J.E. Greene. Solid State Commun. 27, 1, 17 (1978).
- [7] O. Bostanjoglo, R. Liedtke. Phys. Stat. Sol. (a) 60, 2, 451 (1980).
- [8] В.Г. Мягков, Л.И. Квеглис, Г.И. Фролов. Поверхность 9, 131 (1992).
- [9] В.Г. Мягков, Л.И. Квеглис, В.С. Жигалов, Г.И. Фролов. Поверхность **1**, 105 (1994).
- [10] J.S. Langer. Rev. Mod. Phys. 52, 1, 28 (1980).
- [11] T.A. Witten, L.M. Sander. Phys. Rev. Lett. **47**, *19*, 1400 (1981).
- [12] Б.М. Смирнов. УФН 149, 2, 177 (1986).
- [13] J.S. Langer. Science 243, 1150 (1989).
- [14] С.М. Жарков, В.С. Жигалов, Л.И. Квеглис, Ю.В. Лисица, К.В. Ренская, Г.И. Фролов. Письма в ЖЭТФ 65, 12, 872 (1997).
- [15] С.М. Жарков. Автореф. канд. дис. Ин-т физики СО РАН, Красноярск (1999). 22 с.
- [16] Г.И. Фролов, В.С. Жигалов, Л.И. Квеглис, С.М. Жарков, О.А. Баюков, А.Л. Басько. ФММ 88, 2, 85 (1999).
- [17] В.Г. Мягков, В.С. Жигалов, С.М. Жарков. ДАН **346**, *5*, 612 (1996).
- [18] С.М. Жарков, Л.И. Квеглис. ДАН 383, 5, 617 (2002).
- [19] В.С. Жигалов, Г.И. Фролов, Л.И. Квеглис. ФТТ 40, 11, 2074 (1998).
- [20] W.J. Boettinger, S.R. Coriell, A.L. Greer, A. Karma, W. Kurz, M. Rappaz, R. Trivedi. Acta Mater. 48, 1, 43 (2000).
- [21] А. Гинье. Рентгенография кристаллов. Теория и практика. Физматгиз, М. (1961). 604 с.
- [22] Л.Н. Парицкая. Порошковая металлургия 11, 44 (1990).
- [23] Ю.И. Веснин. Вторичная структура и свойства кристаллов. Ин-т неорганической химии СО РАН, Новосибирск (1997). 106 с.
- [24] W. Kurz, D.J. Fisher. Fundamentals of solidification. Trans. Tech. Publ., Switzerland (1986). 245 p.
- [25] Г.П. Иванцов. ДАН СССР 58, 4, 567 (1947).
- [26] Физические величины. Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. Энергоатомиздат, М. (1991). 1232 с.
- [27] A. Trayanov, E. Tosatti. Phys. Rev. Lett. 59, 19, 2207 (1987).
- [28] J.W.M. Frenken, P.M.J. Marée, J.F. Van der Veen. Phys. Rev. B 34, 11, 7506 (1986).
- [29] P.M. Ajayan, L.D. Marks. Phys. Rev. Lett. **63**, *3*, 279 (1989).
- [30] М.Я. Фукс. Изв. АН СССР. Сер. физ. 31, 3, 422 (1967).
- [31] В.А. Буравихин. Влияние механических напряжений на магнитные свойства пленок. Вост.-Сиб. кн. изд-во, Иркутск (1968). 160 с.
- [32] С.Ф. Тимашев, Л.И. Трахтенберг. ЖФХ 67, 3, 448 (1993).
- [33] V.Yu. Kolosov, A.R. Thölen. Acta Mater. 48, 8, 1829 (2000).
- [34] Г. Николис, И. Пригожин. Самоорганизация в неравновесных системах. Мир, М. (1979). 512 с.