

05;07;11;12

К вопросу о влиянии лазерной эрозии поверхностного слоя твердого образца на концентрации элементов

© А.И. Борискин, В.М. Еременко, П.А. Павленко, А.Н. Скрипченко, С.Н. Хоменко

Институт прикладной физики НАН Украины,
40030 Сумы, Украина
e-mail: ipfmail@ipfcentr.sumy.ua

(Поступило в Редакцию 3 ноября 2005 г.)

Приведены экспериментальные результаты влияния степени эрозии поверхностей ряда образцов сфокусированным излучением оптического квантового генератора на концентрации элементов поверхностного эродированного слоя. Исследования проводились на растровом электронном микроскопе РЭММА 102, оснащенный энергодисперсионным спектрометром.

PACS: 61.30.Hn, 81.15.Fg

В [1] рассматривалось влияние эрозии поверхности латуни сфокусированным излучением оптического квантового генератора (ОКГ) на изменение концентрации меди и цинка в эродированном поверхностном слое. Степень эрозии поверхностного слоя при этом не нормировалась. В развитие работы [1] нами были проведены исследования влияния степени эрозии поверхности сфокусированным излучением ОКГ на концентрации элементов для ряда образцов с различным элементным составом.

Аппаратура и методика измерения

Всего было изучено пять образцов с различным элементным составом: стандартные образцы латуни М161, бронзы М662, алюминия 137, а так же жаропрочная бронза БрАЖНМц 9-4-4-1 и медно-никелевый сплав 36НХТЮ5М. Анализ элементного состава осуществлялся, как и в [1], на растровом электронном микроскопе РЭММА 102 с энергодисперсионным спектрометром (производство АО СЭЛМИ, г. Сумы, Украина). На поверхности исследуемых образцов в источнике ионов лазерного масс-спектрометра МС3101 (производство АО СЭЛМИ) были сформированы участки с различной степенью эродирования при плотности мощности более 10^9 Вт/см². Участки формировались за один, два, три, четыре, шесть и восемь проходов луча лазера по поверхности образца путем его сканирования в источнике ионов по осям X, Y . Частота импульсов излучения ОКГ и скорость перемещения образца по осям X, Y выбирались таким образом, чтобы обеспечивалось 50% наложение соседних кратеров друг на друга.

Излучатель оптического квантового генератора ЛТИ 215 работал на длине волны $1.064 \mu\text{m}$ при длительности лазерного импульса излучения $\sim 10^{-8}$ с. Режимы работы растрового микроскопа РЭММА 102 (ускоряющее напряжение 20 кВ, ток зонда 3 нА, время набора спектра 200 с) для всех образцов оставались неизменными. Для снижения погрешностей при исследовании

негомогенных образцов [2] измерения проводились в интегральном режиме путем сканирования электронного зонда по площадкам 0.2×0.2 мм. При измерениях концентраций элементов образцов М161 и М662 в качестве эталона использовались концентрации элементов состава стандартов М164 и М664 соответственно. Для остальных образцов применялся эталон в виде набора чистых элементов. На каждом эродированном участке в различных его местах проводилось по пять анализов элементного состава. Для каждого образца было проведено также пять измерений концентраций элементов с различных мест на исходной поверхности.

Результаты и их обсуждение

При изучении влияния степени эрозии поверхности определение концентраций осуществлялось для всех элементов состава образцов. Состав образца М161 приведен ниже.

Элемент	Al	Mn	Fe	Cu	Zn	Sn	Pb
$C_{sec}, \%$	1.65	0.08	0.494	59.5	37.65	0.08	0.54

Здесь C_{sec} — аттестованная концентрация соответствующего элемента М161. Полученные результаты были подвергнуты дисперсионному анализу [3], который показал, что различия между концентрациями цинка, меди и алюминия для различных эродируемых участков весьма существенны, и они обуславливаются степенью эрозии поверхности стандартного образца М161. Эти результаты представлены в таблице, здесь C_1-C_5 — концентрации элементов для пяти измерений с различных мест одного участка образца, \bar{C}_{ij} — среднее значение концентрации элемента по пяти измерениям, C_{sec} — аттестованная концентрация элемента, $\tilde{\Delta}$ — систематическая составляющая относительной погрешности измерения, $\tilde{\sigma}(\tilde{\Delta})$ — среднеквадратическое отклонение случайной составляющей относительной погрешности, $K_{ij} = \bar{C}_{ij}/\bar{C}_{0j}$ — отношение средних концентраций \bar{C}_{ij}

Число снятых слоев i	0	1	2	3	4	6	8
Параметр	Al						
$C_1, \%$	1.5	1.1	0.8	1.4	1.1	1.3	1.4
$C_2, \%$	1.4	1.1	0.7	1.1	1.2	1.3	1.6
$C_3, \%$	1.3	1.0	1.1	1.3	1.3	1.4	1.4
$C_4, \%$	1.3	1.0	1.1	1.2	1.3	1.3	1.4
$C_5, \%$	1.2	0.6	1.1	1.1	1.3	1.4	1.2
$\bar{C}_{ij}, \%$	1.3	0.9	1.0	1.2	1.2	1.3	1.4
$C_{sec}, \%$	1.65	1.65	1.65	1.65	1.65	1.65	1.65
$\tilde{\Delta}, \%$	-18.6	-42.6	-40.9	-25.7	-25.6	-20.4	-16.0
$\tilde{\sigma}(\tilde{\Delta}), \%$	8.7	23.0	21.2	8.5	7.9	4.1	10.4
K_{ij}	1	0.705	0.726	0.912	0.914	0.977	1.031
Параметр	Cu						
$C_1, \%$	59.5	60.3	61.9	62.7	62.5	62.7	62.4
$C_2, \%$	59.9	60.9	62.3	62.4	62.8	62.8	63.0
$C_3, \%$	59.2	60.9	62.4	62.9	62.6	62.4	62.7
$C_4, \%$	59.8	61.5	61.7	62.3	62.8	62.3	62.8
$C_5, \%$	59.7	61.8	62.1	63.1	62.5	62.7	63.3
$\bar{C}_{ij}, \%$	59.6	61.1	62.1	62.7	62.6	62.6	62.8
$C_{sec}, \%$	59.5	59.5	59.5	59.5	59.5	59.5	59.5
$\tilde{\Delta}, \%$	0.2	2.6	4.1	5.1	5.0	4.9	5.3
$\tilde{\sigma}(\tilde{\Delta}), \%$	0.4	1.0	0.5	0.5	0.3	0.4	0.5
K_{ij}	1	1.025	1.041	1.052	1.050	1.050	1.054
Параметр	Zn						
$C_1, \%$	37.9	37.4	36.4	34.7	35.4	34.8	34.8
$C_2, \%$	37.6	37.0	36.1	34.9	34.9	35.0	34.4
$C_3, \%$	37.8	36.6	35.3	34.7	34.9	34.9	34.8
$C_4, \%$	37.9	36.2	36.0	34.9	35.0	35.2	35.0
$C_5, \%$	37.8	36.7	35.7	34.5	34.9	34.6	34.0
$\bar{C}_{ij}, \%$	37.8	36.8	35.9	34.7	35.0	34.9	34.6
$C_{sec}, \%$	37.65	37.65	37.65	37.65	37.65	37.65	37.65
$\tilde{\Delta}, \%$	0.4	-2.3	-4.9	-8.5	-7.5	-7.9	-8.9
$\tilde{\sigma}(\tilde{\Delta}), \%$	0.3	1.1	1.2	0.5	0.6	0.7	1.1
K_{ij}	1	0.973	0.950	0.918	0.926	0.923	0.915

цинка, меди и алюминия на эрозированной поверхности к средним концентрациям этих же элементов на исходной поверхности \bar{C}_{0j} (нормированное значение средней концентрации элемента на эрозированной поверхности). Здесь и в дальнейшем ниже по тексту индекс j относится к элементу, а i — к числу снятых путем эрозии поверхности лазерным излучением слоев. Для Mn, Fe, Pb и Sn были получены экспериментальные результаты, дисперсионный анализ которых не мог объяснить их изменчивость влиянием степени эрозии поверхности образца. Разброс концентраций этих элементов, обусловленный невысокой точностью измерения на приборе РЭММА 102 для концентраций менее 1% [2], не позволил выявить степень влияния эрозии на их изменчивость. Экспериментальные результаты в этом случае должны быть отнесены к одной общей совокупности данных. По мере увеличения количества снятых путем эрозии слоев концентрация меди увеличивается, а концентрация цинка снижается, что соответствует результатам, полученным в [1]. При этом степень изменения

концентрации меди и цинка по мере увеличения количества снятых слоев уменьшается. Наиболее значительные изменения концентраций наблюдаются для первых трех слоев. Для алюминия концентрация образца М161 после снятия первого слоя уменьшается, а далее начинает увеличиваться, приближаясь после снятия восьми слоев к содержанию Al на исходной поверхности. Сопоставляя данные таблицы, можно констатировать, что изменения концентраций элементов, как функция снятых путем эрозии слоев, хорошо описывается как величинами $\tilde{\Delta}$, так и нормированными значениями K_{ij} , которые с учетом K_{0j} дают изменения концентраций в поверхностном слое в результате эрозии. Учитывая большой объем экспериментальных данных, для образцов М662, алюминия, жаропрочной бронзы и медно-никелевого сплава изменения концентраций в их поверхностных слоях будут представлены ниже в виде графических зависимостей $K_{ij} = f(i)$. На поверхности указанных образцов формировались четыре эрозированных участка со снятыми путем эрозии от одного до четырех слоями. На каждом

участке эрозированной и исходной поверхностей было проведено для каждого образца с различных мест по пять определений элементного состава. Аттестованный состав стандартного образца М662 представлен ниже.

Элемент	Cu	Zn	Sn	Pb
$C_{sec}, \%$	87.53	4.93	3.05	4.4

Экспериментальные результаты измерений концентраций М662 были подвергнуты дисперсионному анализу [3], который показал, что концентрации всех элементов образца М662 претерпели изменения под воздействием сфокусированного излучения ОКГ. Вариации концентраций Cu, Zn, Sn и Pb проиллюстрированы графически изменениями K_{ij} как функцией количества снятых слоев и представлены на рис. 1. В отличие от образца М161, концентрация меди с увеличением степени эрозии поверхности М662 уменьшается, а цинка — увеличивается. Содержание олова в поверхност-

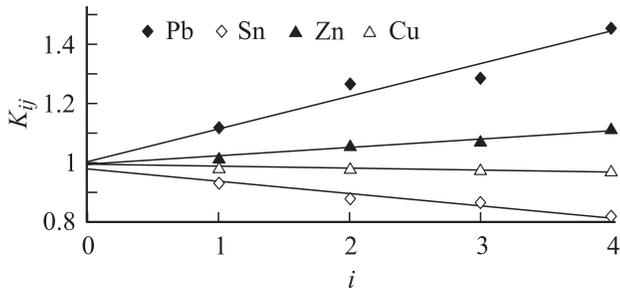


Рис. 1.

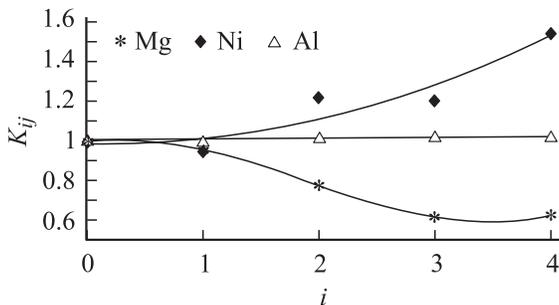


Рис. 2.

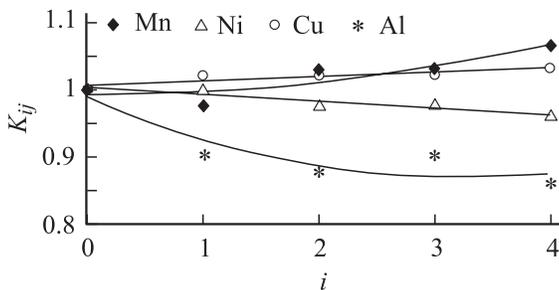


Рис. 3.

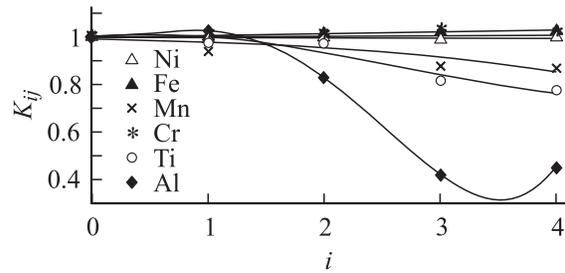


Рис. 4.

ном слое с увеличением степени эрозии снижается, а концентрация свинца увеличивается. Экспериментальные результаты для образцов алюминия, жаропрочной бронзы и медно-никелевого сплава были также подвергнуты дисперсионному анализу. На рис. 2 показаны результаты дисперсионного анализа для стандартного образца алюминия 137. Как видно, концентрация магния и никеля в алюминии, начиная со второго слоя, изменяется значительно. На рис. 3 показано влияние излучения ОКГ на концентрации элементов в поверхностном слое жаропрочной бронзы, а на рис. 4 — результат воздействия излучения на медно-никелевый сплав. В сплаве 36НХТЮ5М наиболее подвержены изменению концентраций алюминий, титан и марганец, в то время как концентрация никеля, железа и хрома практически не меняется. Рассматривая результаты для М161, жаропрочной бронзы БрАЖНМц 9-4-4-1 и медно-никелевого сплава 36НХТЮ5М, следует отметить, что наиболее сильные изменения концентрации под действием лазерного излучения наблюдаются у алюминия. Эти изменения достигают существенных значений.

Заключение

Исследования, проведенные на пяти образцах, показали, что воздействие сфокусированного излучения ОКГ на поверхность образцов имеет сложный характер. В образцах, имеющих сложный элементный состав, не все элементы при эрозии поверхности лазерным излучением изменяют свою концентрацию. Наиболее сильные изменения в составах образцов происходят при 3–4-кратном воздействии лазерного излучения на их поверхность. Измерения концентраций в поверхностном слое твердого вещества при многократном воздействии сфокусированного излучения ОКГ могут достигать существенных величин. Это необходимо учитывать в лазерной масс-спектрометрии, имплантации, физике тонких пленок и других областях науки и техники при использовании сфокусированного излучения лазера как источника энергии фазовой модификации вещества. Для снижения дискриминаций, вызываемых эрозией поверхности образца сфокусированным излучением ОКГ, с учетом [1] рекомендуется режим пробоотбора, исключающий наложение кратеров друг на друга.

Список литературы

- [1] *Борискин А.И., Еременко В.М. и др. // ЖТФ. 2004. Т. 74. Вып. 6. С. 109–113.*
- [2] *Борискин А.И., Паленко П.А., Еременко В.М. и др. // Вестн. Сумского гос. ун-та. Сер. физика, математика, механика. 2002. № 13 (46). С. 105–119.*
- [3] *Митропольский А.К. Техника статистических вычислений. М.: ИФМЛ, 1961. 479 с.*