

ИССЛЕДОВАНИЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ АТОМОВ НИОБИЯ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ ИЗ МОЛИБДЕНА

Введение

Разбавленные сплавы переходных металлов, на основе ниобия, молибдена, циркония и т.д. представляют интерес с применением их в новой технике. (ТЭПы, СВЧ и газоразрядные приборы, электровакуумная техника и технология, ядерная и космическая энергетика и т. д.). Известно, что многие физико-химические свойства сплавов в основном определяются элементарным составом, фазовым состоянием и электронной структурой их поверхностного слоя. Поэтому, создание сплавов с определенной концентрацией легирующих элементов является актуальной задачей. Одним из эффективных методов получения сплавов на основе тугоплавких металлов является метод ионной имплантации. Подбирая энергию ионов и их дозу можно получить сплавы с нужными поверхностными характеристиками.

Цель работы заключалась в экспериментальном исследовании имплантации ионов ниобия в монокристаллических образцах молибдена (111), (100) и (110); изменения концентрации атомов ниобия, приповерхностной области сплава при нагревах образца; глубину проникновения атомов ниобия в монокристаллической мишени; определение элементного состава поверхности в различных режимах термообработки исследуемых кристаллов.

Методика эксперимента

Получение низкоэнергетических ионов тугоплавких металлов представляет собой самостоятельную задачу, которая подробно описана в работе [1]. Аналогично, как в работе [1], в экспериментах по имплантации ионов Nb в монокристалле Мо использовали только однозарядные ионы ниобия, и нами получены интегральный ток на мишени $\sim 4 \cdot 10^{-7}$ А. При этом вакуум в камере прибора не хуже $\sim 10^{-8}$ Торр. Ионный ток измерялся цилиндром Фарадея установленного в манипуляторе экспериментальной установки. Поток ионов ниобия составляет $\sim 10^{11}$ ион·см⁻²·с⁻¹, энергия ионов $E = 3$ кэВ. При этих же значениях потоков ионов Nb можно увеличить дозу за счет времени облучения. В манипулятор, экспериментальной установки, были вмонтированы монокристаллы Мо(111), Мо(100) и Мо(110). Подготовка образцов к имплантации ионами ниобия детально описана в работе [2]. Кристаллы прогревались в температурном интервале 2000–2300 К с кратковременным повышением температуры до 2400 К. Общее время прогрева каждого кристалла ~ 50 часов. При этом через каждые 2–3 часа снимались оже-спектры поверхности кристаллов. Количественный анализ оже-спектров, снятых с поверхности молибдена (111), (100) и (110) легированного ионами ниобия с дозой $5 \cdot 10^{14}$ ион·см⁻², показал, что концентрация атомов ниобия составляет ~ 2 –3 ат%. Количественный анализ оже-спектров проводился методом факторов элементной чувствительности, в качестве эталона нами был использован интенсивный оже-пик ниобия с энергией 169 эВ (переход $M_3N_3N_3$), измеренной в этом же спектрометре. В связи с тем, что концентрация атомов ниобия в поверхностном слое ионно легированного молибдена составляла всего ~ 2 –3 ат%, построение кривой распределения концентрации атомов Nb по глубине ионно-имплантированного монокристалла молибдена представляло определенную трудность. Распределение атомов ниобия по глубине монокристаллов молибдена определялось следующим образом. Один из ионно-имплантированного монокристалла молибдена устанавливали на против фланца с аргоновой пушкой и проводили послойное травление поверхности кристалла ионами аргона через каждые 6–7 минут, т. е. после удаления одного атомного слоя с поверхности ионно-имплантированного молибдена снимались оже-спектры. Такие измерения проводили и для других граней молибдена. На рис. 1 приведено распределение концентрации атомов ниобия по глубине приповерхностной области монокристалла Мо(111). Из рисунка видно, что в поверхностном слое ионно-имплантированного молибдена, толщиной 1–2 атомных слоев, концентрация атомов Nb равна ~ 1 (ат)%. Эта средняя глубина выхода оже-электронов для таких переходных элементов как Мо, W [2]. Концентрация атомов Nb на глубине ~ 4 атомных слоев составляла ~ 3 –4 (ат)%.

Прогрев молибдена легированного ионами Nb в температурном интервале 1350–1400 К приводил к незначительному увеличению концентрации атомов Nb в молибдене. А повышение температуры прогрева до 1500 К и выше с одновременным снятием оже-спектров, приводил к уменьшению концентрации атомов ниобия в приповерхностной области ионно-имплантированного молибдена. Данное явление мы связываем с тем, что как показано [3], в результате термодиффузии и сегрегации атомов примесного элемента и металла матрицы в разбавленных металлических сплавах, в зависимости от атомных размеров этих элементов и теплоты сублимации, поверхностный слой сплава может обогатиться атомами примесного элемента, либо наоборот концентрация примесного элемента может заметно уменьшится. В [4] на примере ряда сплавов тугоплавких металлов данное явление хорошо проиллюстрировано. Необходимо отметить еще следующий экспериментальный факт что, в случае имплантации атомов молибдена в ниобий заметной сегрегации и термодиффузии на поверхности сплава не наблюдались [1]. В системе Мо-Nb при имплантации ионами ниобия на поверхности разбавленного сплава наблюдалась заметная термодиффузия и сегрегация при нагревах кристалла относительно системы Nb-Mo.

Анализ полученных результатов

Анализируя результаты по имплантации ионов ниобия в монокристаллических образцах молибдена (111), (100) и (110) можно отметить следующее. При бомбардировке поверхности мишени ионами легирующего металлического элемента происходит распыление атомов поверхностного слоя металла матрицы и атомов имплантируемой примеси. Эти процессы дают ограничение на число внедряемых атомов в поверхностный слой мишени. Из литературы известно, что при имплантации малыми дозами ($< 10^{16}$ ион·см⁻²) легирующего элемента образуются разбавленные ионно-имплантированные сплавы с концентрацией примесного элемента ~ 1 (ат)%. Кроме того, глубина максимального содержания атомов легирующих элементов, в основном, определяется энергией ионов примесного элемента. Из результатов этих работ следует, что при энергии ионов ниобия при $E = 3$ кэВ глубина максимального содержания атомов ниобия в молибдене не должна превышать ~ 3 –5 атомного слоя. Заметные изменения амплитуды оже-спектров легированного элемента с поверхности сплава молибдена ниобия относительно сплава ниобия-молибдена, нам кажется, связано с неравновесными процессами на поверхности разбавленного сплава. В случае сплава молибдена с ниобием подвижность атомов Nb больше, чем молибдена. Поток атомов Nb в поверхностный слой легированного кристалла больше потока атомов молибдена. А в случае Nb-Mo по всей видимости в приповерхностной области, в процессах термодиффузии и сегрегации основную роль играют атомы ниобия. На эти процессы накладываются, атомные размеры металла основы и примеси: ($R_{Nb} = 1,625 \text{ \AA}$, $R_{Mo} = 1,550 \text{ \AA}$) также температура плавления этих же элементов и постоянная решетки кристалла матрицы.

Заключение

1. Путем низкоэнергетической ионной имплантации ($E_p = 3$ кэВ, $D = 5$ – $6 \cdot 10^{14}$ ион·см⁻²) получены разбавленные сплавы молибдена с ниобием на трех гранях монокристалла молибдена.
2. Исследована глубина проникновения атомов ниобия в приповерхностной области молибдена. Распределение концентрации атомов ниобия по глубине одинакова для трех исследованных кристаллографических направлений монокристалла молибдена.
3. Экспериментально установлено, что в системе Nb-Mo при снятие оже-спектров, регистрация атомов молибдена довольно трудно. В случае Mo-Nb атомы ниобия быстро и отчетливо проявляются в оже-спектрах сплава.
4. Роль движущей силы в процессах термодиффузии и сегрегации в сплаве Mo-Nb в основном играет атомы ниобия.

Список литературы

1. Нурматов Н. А. Исследование ионно-имплантированных атомов молибдена на поверхности монокристаллов ниобия / Н. А. Нурматов, Ё. С. Эргашов, А. Холов Ж. // Узбекский физический журнал. – 2011, Т. 13, № 2. – С. 129–132.
2. Исследование фотоэлектронных спектров ионно-имплантированного монокристалла Mo(111) / [И. Бурибаев, Н. А. Нурматов, Ё. С. Эргашов и др.] // Ж. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2012. – № 9. – С. 55–58.
3. Бокштейн Б. С. Диффузия в металлах / Б. С. Бокштейн. – М.: Металлургия. – 1978. – 245 с.
4. Бурибаев И. / Изучение сегрегации атомов циркония, имплантированных в ниобий Бурибаев И., Холов А. // Материалы Всероссийского Симпозиума по эмиссионной электронике, 1996. – Рязань. – 232 с.

Одержано 10.02.2013

© Н. А. Нурматов, Ё. С. Эргашов, А. Холов, Г. Р. Отамуродов, И. Х. Хамиджонов

Национальный университет Узбекистана имени М. Улугбека, г. Ташкент

Nurmatov N. Ergashov E., Kholov A. Otamurodov G., Khamidjon I.
Study of low-energy ion implantation of niobium atoms in the crystal samples of molybdenum

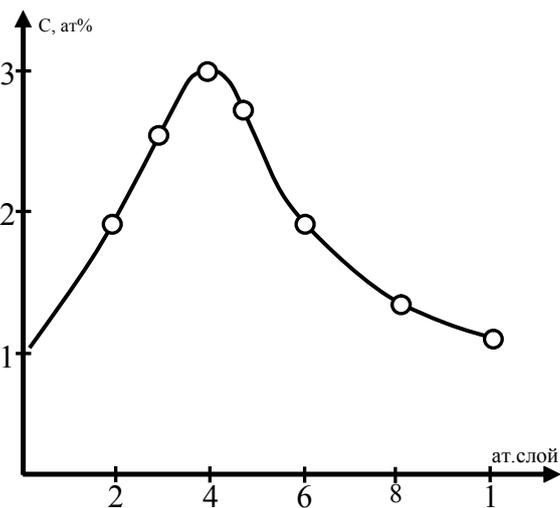


Рис. 1. Распределение концентрации атомов ниобия по глубине приповерхностной области монокристалла Mo(111)