

硼离子注入多晶铁薄膜的非晶化作用的研究

张岳鲁 毕相耘 梅良模 栾开政 刘宜华

(山东大学物理系)

1987 年 9 月 25 日收到

不同剂量的硼离子注入的多晶铁薄膜的磁导率随注入剂量增加呈现非单调上升,其 ^{57}Fe 转换电子穆斯堡尔谱显示了非晶态合金的生成,结果支持临界缺陷密度非晶化模型。

引 言

非晶态合金是近年发展起来的一类新的金属材料,具有许多独特的优良性能,因而对于它们的结构和性质的研究既具有理论意义,也具有实用价值^[1,2]。离子注入法可为人们提供一组从晶态向非晶态转化的稳定的或亚稳定的中间态,有助于非晶态形成机制的探索。文献[3]曾报道了硼离子注入铁薄膜形成非晶态合金的研究结果,提出在轻类金属离子(如硼)注入过渡金属的过程中,非晶态合金形成的机制为临界缺陷密度模型,又称为缺陷累积晶格坍塌模型。本文将通过 ^{57}Fe 转换电子穆斯堡尔谱(CEMS)对硼离子注入的多晶铁薄膜的宏观磁性及非晶态合金形成机制做进一步研究。

实验结果与讨论

多晶铁薄膜采用真空蒸镀法制成,基片是单晶硅,膜厚约 1500 Å。为了增加硼元素在薄膜中分布的均匀性,选用了三种不同能量的硼离子进行注入。根据我们编制的离子注入的蒙特-卡罗计算机模拟程序计算的离子射程分布结果,三种能量选为 30, 60 和 100 keV 较合适,对应的剂量比为 20:35:45。下面所提到的剂量均是指总剂量。

图 1 中的曲线是铁薄膜的磁导率 μ 和磁矫顽力 H_c 随硼离子注入剂量 D 的变化关系, μ 和 H_c 都以相对增量表示。 μ 的测量用等效电感法, H_c 用振动样品磁强计(VSM)测定。磁导率随注入剂量增加而非单调地上升。由于我们以前已经得到矫顽力随注入剂量增加非单调下降的结果^[3],此次未对 $\Delta H_c/H_{c0}-D$ 关系做细致测量。可以看到, μ 和 H_c 随剂量的变化趋势是相反的。

根据文献[3]提出的模型,可将 $\Delta\mu/\mu_0-D$ 和 $\Delta H_c/H_{c0}-D$ 两条曲线以对应的两个极值点为界分为 I, II, III 三段(剂量由低到高),分别对应于不同的过程。I 段是离子注入的退火效应为主的剂量范围。退火作用能消除应力,减小晶格畸变,增加晶粒的完整性,所以 μ 上升, H_c 下降。II 段为缺陷累积过程。在此阶段内,注入的离子对晶格的破坏作用超过了退火作用,加之硼元素对缺陷的稳定作用,使各种缺陷大量积累,使 μ 下降, H_c 上升。在第 III 阶段内,一方面缺陷密度较低的区域仍继续进行缺陷积累过程;另一方

面,已经达到临界缺陷密度的区域通过晶格坍塌成为非晶区。非晶态的出现消除了晶态的晶粒间界和磁晶各向异性以及位错等缺陷,使铁薄膜的 μ 值又上升, H_c 值又下降。非晶区所占比例逐渐增加,极大地改善了铁薄膜的宏观磁性能。

为了进一步证实上述模型的正确性,我们测量了一组不同注入剂量的铁薄膜的内转换电子穆斯堡尔谱(部分示于图2)。图2中所标数字为薄膜厚 d 和离子注入剂量 D 。采用的是 $^{57}\text{Co}/\text{Rh}$ γ 射线源和平行板正比计数器,以丙酮蒸汽作电离气体。未作离子注入时是典型的 $\alpha\text{-Fe}$ 的六指谱(图2(a)),但由图可见,磁矩并不象一般软磁性薄膜那样,在退磁场的作用

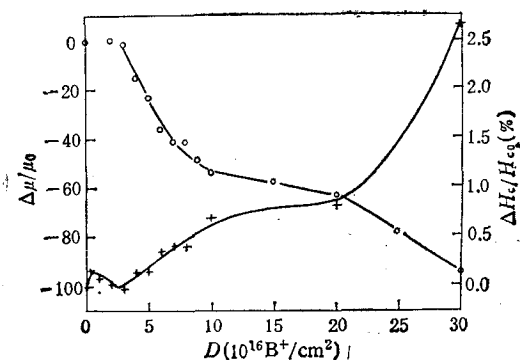
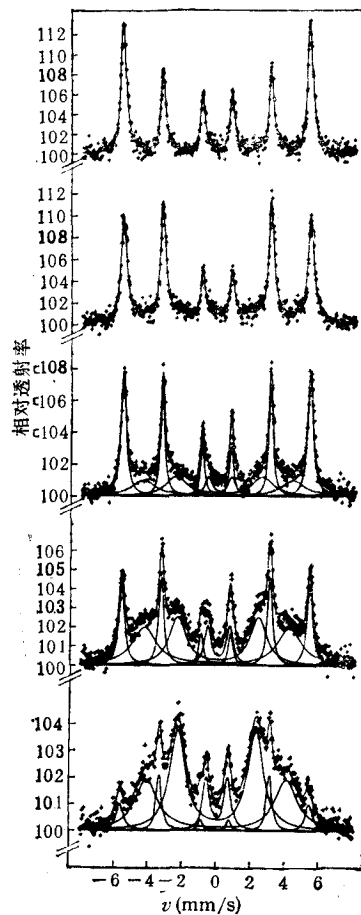


图 1

膜厚 $d = 1470 \text{ \AA}$; 测试频率: μ 为 13 MHz ; H_c 为 50 Hz

表 1 不同剂量的薄膜中非晶态所占比例

$D(10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2)$	s_a/s (%)
1.5	18.69
2.0	42.23
2.5	42.30
3.0	65.14
3.5	79.57
4.0	84.67



- (a) $d = 1435 \text{ \AA}$, 未注入
 (b) $d = 1435 \text{ \AA}$, $D = 1 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$
 (c) $d = 1500 \text{ \AA}$, $D = 2 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$
 (d) $d = 1500 \text{ \AA}$, $D = 3 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$
 (e) $d = 1500 \text{ \AA}$, $D = 4 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$

图 2 不同剂量的硼离子注入的铁薄膜的转换电子穆斯堡尔谱

下处在薄膜面内,而明显地存在着垂直各向异性的特征。这种各向异性可能由于制薄膜过程中形成柱状晶结构引起的。

随着注入剂量的增加,CEMS 中第二和第五峰的强度逐渐增大(图2(b)),表明磁矩在注入过程中逐渐转向薄膜面。这意味着离子注入能减小薄膜的各向异性,可归因于柱状晶结构的减弱。同时谱线的宽度逐渐有所增大,显然这是由于注入硼离子后,在 $\alpha\text{-Fe}$ 晶格中存在着的缺陷所造成的超精细磁场的分散所致。

虽然根据磁性测量结果可判断当剂量大于 $3 \times 10^{16} \text{ B}^+/\text{cm}^2$ 时便有非晶区产生,但只有在高于 $1 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$ 的穆斯堡尔谱中才清楚地显示出非晶相峰的存在。可见,磁导率、矫顽力等磁性参量对结构变化的反应更灵敏。这里的图 2(c) 与文献[2] 中图 11 a 的 $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ 非晶态合金经过第一阶段热晶化后的透射穆斯堡尔谱非常相似。为了更直观地看出非晶态峰的位置、宽度和高度,在图 2(c)–(e) 中还画出了各组分谱。表 1 列出了根据 CEMS 谱计算的各种剂量下非晶相含量百分比(非晶相中所含铁原子数占薄膜中铁原子总数的比例)。可见,在现有的最高剂量($4.0 \times 10^{17} \text{ B}^+/\text{cm}^2$)下,薄膜的绝大部分(大于 4/5)转变成了非晶态。最有意义的是,当用计算机程序拟合含有 $\alpha\text{-Fe}$ 和非晶态 Fe-B 相的穆斯堡尔谱时发现,虽然非晶态谱面积随注入剂量增加而增大,说明非晶成份增多,但是谱线的位置和宽度(在采用平均参数拟合的意义下)并无明显的改变。这表明,非晶态不是从晶态逐渐转变而来,而是通过某种形式的突变。也就是说,不管成份是否有些变化,但非晶态相与高缺陷密度的晶态相有本质的差别。这有力地支持了缺陷累积晶格坍塌非晶化模型。据此,在离子注入过程中,非晶相首先在硼浓度高、晶格缺陷多的区域形成。然后,随着更多的硼离子的注入,这些“非晶核”的小区域不断增多,扩大,相连,最后遍及整个注入层或使铁薄膜完全非晶化。

结 论

1. 多晶铁薄膜的磁导率随硼离子注入剂量增加而呈现非单调上升,与其磁矫顽力的变化趋势恰好相反。这类“三段式”的曲线可归因于离子注入的退火作用和非晶化作用的结果。

2. 硼离子注入的多晶铁薄膜的转换电子穆斯堡尔谱不仅显示了非晶态合金的产生和增长,而且有力地支持了临界缺陷密度非晶化模型。

1 F. E. Luborsky, *Amorphous Metallic Alloys*, Butterworths & Co(Publishes) Ltd., (1983).

2 T. Kemény, I. Vincze, B. Fogarassy and Sigurds Arajs, *Phys. Rev. B*20(1979), 476.

3 张岳鲁、梅良模、郭貽诚、郭小钦、丛培杰,物理学报, **35**(1986), 850.

STUDIES ON THE AMORPHOUS STATE FORMATION EFFECT OF BORON ION IMPLANTATION INTO POLYCRYSTALLINE IRON THIN FILMS

ZHANG YUE-LU BI SI-YUN MEI LIANG-MO LUAN KAI-ZHENG LIU YI-HUA

(Department of Physics, Shandong University, Jinan)

ABSTRACT

The permeability of polycrystalline iron thin films implanted with different doses of boron ions rises nonmonotonously with increasing dose, while the ^{57}Fe conversion electron Mossbauer spectra of the films have shown the formation of amorphous metallic alloy. The results favour the critical defect density model of amorphous state formation.