

Ar 离子辐照的非晶态合金表面发泡 扫描电镜观测

刘昌龙 侯明东

(中国科学院近代物理研究所, 兰州 730000)

全明秀 孙文声

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110015)

摘要 150、195 和 300 keV Ar 离子在室温下辐照非晶态合金 $\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ 和 $\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.5}\text{V}_{2.25}\text{Ni}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$, 扫描电镜在一定的辐照剂量范围观测到了表面发泡形成, 发泡形成的临界剂量和直径随离子能量增加而增加。Ar 离子能量高于 195 keV 时, 发泡和发泡破裂是主要的表面损伤现象, 而在 150 keV Ar 离子辐照下, 未观测到发泡破裂。使用 Ar 离子的聚集、临界气压的建立和气体从近表面的释放解释了表面发泡效应。

关键词 Ar 离子辐照, 非晶态合金, 发泡

气体离子如 He、D 和 T 等辐照金属材料所引起的表面发泡和层离腐蚀是未来可控聚变反应堆的壁材料面临的一个重要问题^[1]。对此已开展了较多的实验和理论研究, 取得了许多有意义的结果。但至今现有的模型无论是气压驱动模型^[2]还是侧应力模型^[3], 都不能对所有的实验现象给予较好的解释。

Ar 离子辐照非晶态合金研究表面损伤效应开始于八十年代, 这部分工作主要局限在 150 keV 能量以下的 Ar 离子引起的表面损伤, 而在 150 keV 以上能区的研究结果却很少。本工作在 150 keV 以上的能区选择了 150、195 和 300 keV 三种能量的 Ar 离子在室温下辐照两种不同组元、组分的非晶态合金, 即 $\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ 和 $\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.5}\text{Ni}_{2.25}\text{V}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$, 用扫描电子显微镜观测表面发泡形貌, 研究发泡的特征, 探讨发泡形成的可能机制, 提供了²150~300 keV Ar⁺离子辐照非晶态合金引起的表面发泡首批结果。

1 实 验

将非晶态合金剪成面积约为 $2 \times 2 \text{ mm}^2$ 的小块样品, 用不同粒度的金相砂纸对其表面抛光。抛光后的样品在 NV-6200 型离子注入机上进行 Ar 离子辐照。Ar 离子能量分别采用 150、195 和 300 keV, 其相应的束流强度为 $6.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、 $6.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 和 $1.4 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, 其中 300 keV Ar 离子为双电荷加速。Ar 离子束垂直于样品表面照射, 靶室真空度 $1.33 \times 10^{-4} \text{ Pa}$, 靶托用氟里昂冷却。轰击过的样品使用 S-360 型扫描电子显微镜 (SEM) 观测表面损伤形貌。

国家自然科学基金和甘肃省自然科学基金资助项目, 中国科学院重点基金项目

收稿日期: 初稿 1994-12-01, 修改稿 1995-02-12

2 结 果

150、195 和 300 keV Ar 离子辐照非晶态合金 $\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ 和 $\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.5}\text{Ni}_{2.25}\text{V}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$, 在一定的辐照剂量范围都观测到了表面发泡。表面发泡形成的临界剂量 C_{bl} 随离子能量 E 增加而增加, 观测到的 C_{bl} 值范围列于表 1。

Tab 1. The C_{bl} values for two amorphous alloys bombarded with argon ions at energies of 150, 195 and 300 keV

E/keV	$\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$			$\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.5}\text{Ni}_{2.25}\text{V}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$		
	150	195	300	150	195	300
$C_{bl}/10^{17}\text{ions}\cdot\text{cm}^{-2}$	~1.0	1.0~2.0	≥ 2.0	~1.0	1.0~2.0	≥ 2.0

150、195 和 300 keV Ar 离子辐照非晶态合金 $\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ 在不同剂量时观测到的表面发泡电镜照片示于图 1。150 keV Ar 离子辐照下, 辐照剂量在 $(1.0\sim 3.0)\times 10^{17}$ 离子/ cm^2 范围, 发泡是主要的表面损伤特征, 没有观测到发泡的破裂, 如图 1 a 所示。在 3.0×10^{17} 离子/ cm^2 以上的剂量, 发泡密度减小, 最终发泡消失。发泡消失后的表面形貌主要表现为多孔结构, 如图 1 b 所示。195 keV 和 300 keV Ar 离子辐照下, 在发泡临界剂量以上窄剂量范围, 观测到的主要表面损伤现象是发泡和发泡破裂, 如图 1 c 和 1 f。195 keV Ar 离子辐照到 2.0×10^{17} 离子/ cm^2 剂量(图 1 c), 发泡破裂大部分表现为泡皮完全剥落, 出现了较多平底的泡坑。高辐照剂量下, 发泡也趋向于消失。图 1 d 给出了 195 keV Ar 离子辐照到 1.5×10^{18} 离子/ cm^2 时观测到的发泡消失后的多孔结构。300 keV Ar 离子辐照到 3.0×10^{17} 离子/ cm^2 (图 1 f), 发泡破裂表现为多种情形, 有顶端塌陷破裂, 也有发泡的泡盖完全剥落。此外, 表面发泡随剂量增加有一个明显的生长过程。如 300 keV Ar 离子辐照到 2.0×10^{17} 离子/ cm^2 (图 1 e), 发泡密度和直径都较小, 并且发泡尚未破裂。

为便于研究 Ar 表面发泡破裂的详细情况, 在图 2 a 和图 2 b 中给出了 300 keV Ar 离子辐照非晶态合金到相同的剂量 3.0×10^{17} 离子/ cm^2 时, 两个不同表面微区发泡和发泡破裂电镜照片。可以明显地看到, 大部分发泡为圆顶形, 少量大的发泡形状不规则, 可能是由多个发泡聚集而成。大部分发泡或顶端塌陷破裂, 或大部分泡盖剥落。因此, 可以认为发泡生长、破裂经历了以下的过程: 发泡随剂量增加生长到一定的直径, 其顶端开始塌陷, 然后, 塌陷区域裂开, 在内压作用下, Ar 气体冲出泡体, 导致顶端泡盖剥落, 然后, 剥落的区域向周边扩展, 形成了平底的泡坑。

三种能量的 Ar 离子辐照这两种非晶态合金在特定的剂量下(Φ)测量到的发泡密度 ρ_b 、发泡平均直径 D_v 和破裂发泡的平均直径 D_r 示于表 2。可见发泡直径随离子能量 E 增加而增加, 并

Tab 2. The measured blister density ρ_b and average blister diameter for argon ion bombarded amorphous alloys

E/keV	$\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$			$\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.5}\text{Ni}_{2.25}\text{V}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$		
	150	195	300	150	195	300
$\Phi/10^{17}\text{ions cm}^{-2}$	2.0	2.0	3.0	2.0	2.0	3.0
$\rho_b/10^7\text{ions cm}^{-2}$	14.0	9.51	5.29	13.8	9.20	4.3
$D_v/\mu\text{m}$	0.24	0.43	0.67	0.23	0.42	0.76
$D_r/\mu\text{m}$		0.78	1.42		0.76	1.80

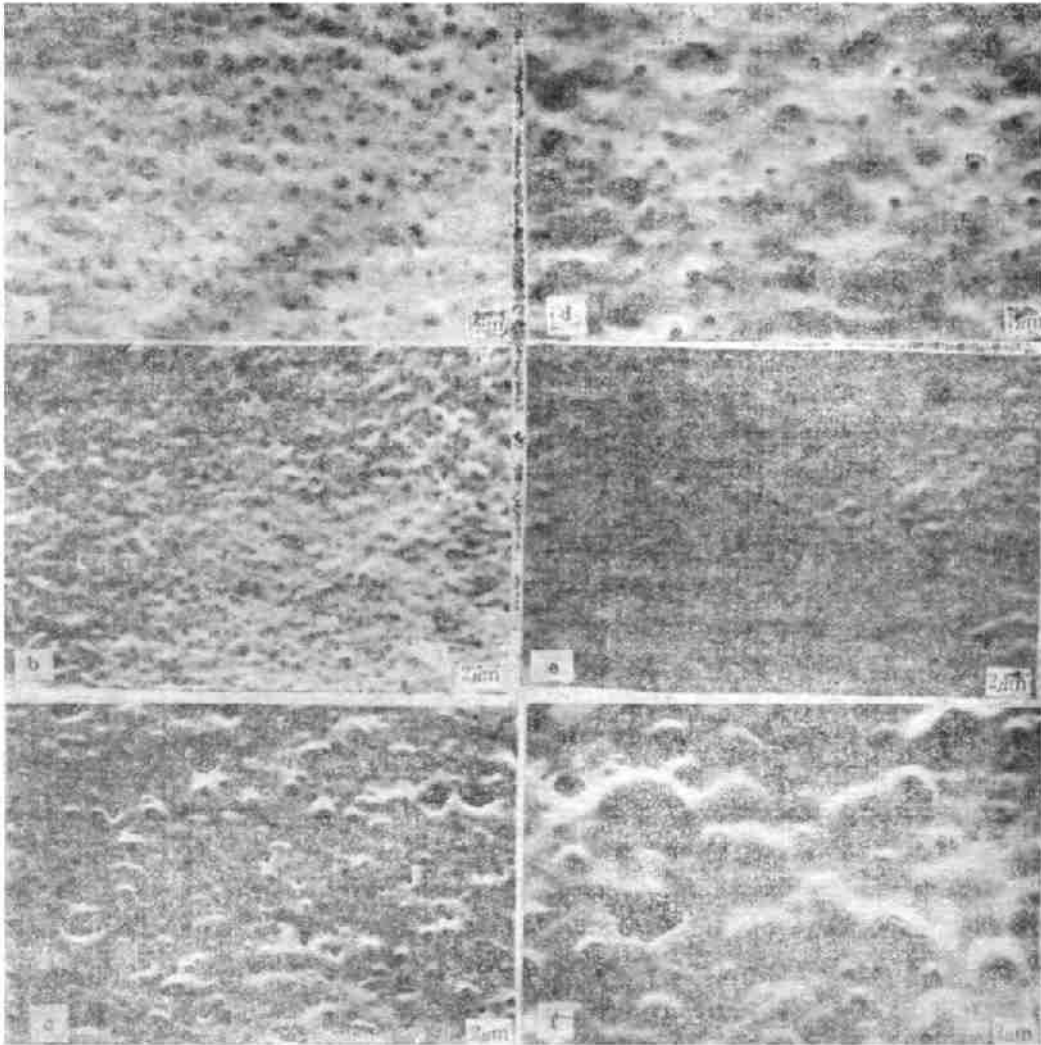


Fig 1. Scanning electron micrographes of amorphous alloy $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{30}\text{Nb}_{5}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ bombarded with argon ions at different energies E and various doses Φ (a) $E = 150 \text{ keV}$, $\Phi = 3.0 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$ (b) $E = 150 \text{ keV}$, $\Phi = 2.0 \times 10^{18} \text{ ions/cm}^2$ (c) $E = 195 \text{ keV}$, $\Phi = 2.0 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$ (d) $E = 195 \text{ keV}$, $\Phi = 1.5 \times 10^{18} \text{ ions/cm}^2$ (e) $E = 300 \text{ keV}$, $\Phi = 2.0 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$ (f) $E = 300 \text{ keV}$, $\Phi = 3.0 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$

且破裂的发泡所拥有的平均直径比未破裂泡平均直径要大得多。此外,离子能量越高,发泡密度就越小,这是由于低能量时,发泡直径小,因此其密度相对要高。

3 讨 论

低能气体离子如 He 辐照非晶态合金普遍能引起表面发泡、剥落、层离等腐蚀^[4]。而用 150~300 keV Ar 离子辐照非晶态合金,研究结果却表明,在一定的辐照剂量范围,发泡是主要的表面损伤现象,未观测到发泡剥落和层离等腐蚀。因此 Ar 离子引起的非晶态合金表面损伤明显不同于 He 离子。

气体离子引起的固体表面发泡形成直接来源于浅表层中 Ar 气泡成核生长。气泡在生长过程

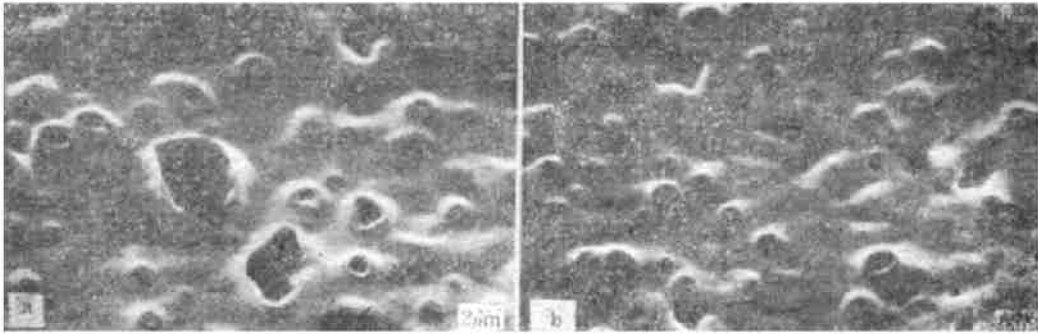


Fig 2. Scanning electron microscope micrographes of two different microarea of amorphous alloy $\text{Co}_{46}\text{Fe}_{4.5}\text{Ni}_{1.25}\text{V}_{1.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{11}$ after 300 keV argon ion irradiation to the total dose of 3.0×10^{17} ions/cm²

中,其内部的压强不断地增大,当内压增加到一定的临界值,即气泡达到一定的直径大小,内压造成的应力只有通过表面层形变即发泡来释放^[5]。发泡直径随剂量增加而直径增大的事实说明,Ar 发泡随剂量有一个生长变化的过程。发泡直径增大的同时,其内压继续增高。当内压造成的应力超过材料的断裂强度时,发泡破裂就会出现^[6]。Ar 离子引起的非晶态合金表面发泡破裂从顶端优先开始,这表明发泡和发泡破裂是由于气体压强驱动的结果。因此用气压驱动模型可以解释 Ar 离子引起的非晶态合金表面发泡的形成。

150 keV Ar 离子辐照下观测不到发泡破裂的出现,可能与 Ar 离子引起的大的表面溅射有关。与同等能量 He 离子相比,Ar 离子引起的表面溅射产额要比 He 离子大几十倍^[7]。对于同一种离子辐照,表面溅射产额随离子能量增加而减小,同时离子在固体中的射程却随离子能量增加而增加。假如气泡在射程处成核生长,那么能量越高,离子溅射掉发泡所需的剂量就越大。因此 Ar 离子引起的表面发泡能否生长到一定的大小而产生破裂,与其能量有着密切的关系。150 keV Ar 离子辐照下,之所以观测不到破裂发泡,这可能是由于发泡尚未充分地生长到一定的大小就被溅射掉的缘故。300 keV Ar 离子辐照下,发泡破裂细节更清楚地被观测到也正说明了这一点。

4 结 论

150~300 keV Ar 离子辐照 $\text{Co}_{70.1}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_5$ 和 $\text{Co}_{66}\text{Fe}_{4.6}\text{Ni}_{2.25}\text{V}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{11}$ 非晶态合金能在一定剂量范围引起表面发泡形成,发泡形成的临界剂量和发泡直径都随离子能量增加而增加。发泡破裂能否出现直接依赖于离子能量。150 keV Ar 离子辐照下,未观测到发泡破裂,而 195 keV 以上能量的 Ar 离子辐照下,发泡破裂却是表面发泡的一个主要特征。发泡从顶端优先开始,然后才向周边扩展。

感谢电子工业部石家庄第十三研究所宋马成教授、张海明工程师在 Ar 离子辐照过程中提供的帮助。

参 考 文 献

- 1 Gittus J. Irradiation Effects in Crystalline Solids, Applied Science Publishers Ltd, London, 1978, P. 184
- 2 Evans J H. J. Nucl. Mater., 1977, 68, 129
- 3 Das S K, Kaminsky M, Fenske G. J. Appl. Phys., 1979, 50, 8304
- 4 Tyagi A K, Nandedkar R V. J. Nucl. Mater., 1987, 148, 72
- 5 Das S K, Kaminsky M. Radiation Blistering in Metals and alloys, 112

6 Risch M, Roth J, Scherzer B M U. Pro. Int. Symp. Plasma Wall Interaction, Pergamon, New York, 1977: 391

7 Tyagi A K, Nandedkar R V. J. Nucl. Mater., 1987, 148: 76

SEM INVESTIGATION OF SURFACE BLISTERING FOR ARGON ION BOMBARDED AMORPHOUS ALLOYS

Liu Changlong Hou Mingdong

(*Institute of Modern Physics, Academia Sinica, Lanzhou 730000*)

Quan Mingxiu Sun Wensheng

(*National Laboratory of Rapidly Quenched and Non-Equilibrium Alloy, Institute of Metal Research, Shenyang 110015*)

ABSTRACT Surface blistering of the amorphous alloys $\text{Co}_{70.2}\text{Fe}_{3.9}\text{Nb}_{3.9}\text{Si}_{14}\text{B}_8$ and $\text{Co}_{68}\text{Fe}_{4.5}\text{V}_{2.25}\text{Ni}_{2.25}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ due to argon ion bombardment at energies of 150, 195 and 300 keV has been observed with a scanning electron microscope (SEM). The critical dose for onset of blistering and the blister diameter are determined and found to increase with increasing projectile energy. Above about 195 keV, blisters and rupture of blisters are the predominant surface damage phenomena. However, at 150 keV, there is no evidence of cracked blisters. The effects are interpreted in terms of argon agglomeration, building-up of the critical argon pressure, and argon releasing from near-surface regions.

KEYWORDS Argon ion irradiation, Amorphous alloy, Blistering