

# اثر اسپاترینگ و دما بر ترکیب سطح شبه بلور Al-Pd-Mn به روش LEIS

فریدون سموات

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه بوعلی سینا همدان

شیما عظیمی

گروه فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی واحد همدان

چکیده

در این مقاله اثر اسپاترینگ روی ترکیب سطح شبه بلور Al-Pd-Mn با استفاده از یونهای هلیوم " $He^+$ " با انرژی ۲ KeV مورد مطالعه قرار گرفته است. معلوم شده است که تحت بمباران غلظت Al در سطح، تا رسیدن به یک حالت پایا به آهستگی کاهش می‌یابد و غلظت‌های Mn و Pd افزایش می‌یابند. سپس سطح غنی شده از Mn حرارت داده شده و مشخص شده که در درجه حرارت‌های بالاتر از ۵۷۵K هیچ Mn روی سطح وجود ندارد. در پایان، تغییرات نسبت غلظت سطحی Al/Pd با درجه حرارت اندازه گیری شده است.

واژه های کلیدی: شبه بلور، اسپاترینگ، Al-Pd-Mn، تکنیک LEIS.

## The effect of sputtering on the surface composition of an Al-Pd-Mn quasicrystal

F. Samavat

Physics Department, Bu-Ali Sina University Hamedan

Sh. Azimi

Physics Department, Islamic Azad University-Hamedan Branch

### Abstract

In this paper, the effect of sputtering on the surface composition of an Al-Pd-Mn quasicrystal has been studied using 2KeV  $He^+$ . It was found that the surface concentration of Al decreases smoothly to a steady state under bombardment and the Mn and Pd concentrations increase. The surface enriched in Mn was annealed and it was found that there was no detectable surface Mn at temperatures higher than 575K. Finally, the variation of the ratio of the Al/Pd surface concentration with changes in temperature was measured.

**Keywords:** Quasicrystal, Sputtering, Al-Pd-Mn, LEIS Technique.

**E-mail of corresponding author:** fsamavat@yahoo.com, azimi.sh@gmail.com

## مقدمه

هنگامی که یک سطح با دسته ایی از یون ها پرتو دهی می شود، برخی از اتم های سطح انرژی کافی برای غلبه بر انرژی های بستگی سطح را بدست می آورند و از سطح کنده می شوند [۱]. اگر میزان کنده شدن اتم ها در واحد زمان برای گونه های مختلف، تفاوت داشته باشد ترکیب ناحیه نزدیک سطح تغییر خواهد کرد. بمباران یونی می تواند تعداد زیادی از انواع نقص نقطه ایی ایجاد کند که آنها باعث ایجاد رسوب سطحی در یک آلیاژ می شوند [۲،۳]. فرآیندی که بوسیله تابش یک دسته پرتو یونی اتم ها از سطح کنده می شوند را اسپاترینگ می گویند [۴]. در سیستم های چند عنصری، اسپاترینگ باعث تغییر ترکیب و از بین رفتن ساختار می شود. عمومی ترین روش برای ترمیم این ساختار حرارت دادن نمونه می باشد. چرا که افزایش حرارت، تحرک پذیری ناراستی ها و اتم های حجم را افزایش می دهد. با افزایش تحرک پذیری امکان اینکه ناراستی ها از بین بروند و همچنین ترکیب سطح، از طریق رسوب سطحی از حجم به سطح، به حالت عادی برسد فراهم می شود. اسپاترینگ ترجیحی از این امر ناشی می شود که یکی از عناصر به میزان بالاتر از دیگر عناصر در طول اسپاترینگ کنده می شود. همچنانکه اسپاترینگ انجام می شود، سطح از عنصری که ضریب اسپاترینگ بالاتری دارد کاهش می یابد [۵]. رسوب سطحی گیسب ناشی از تمایل یک سطح برای کمینه کردن انرژی آزاد می باشد. این تمایل به کمینه کردن انرژی آزاد سطح باعث می شود عنصری که کمترین انرژی سطح را دارد از حجم به سطح رانده شود. معلوم شده است که در یک آلیاژ، عنصری که انرژی بستگی کمتر و یا شعاع اتمی بزرگتر دارد برای کمینه کردن انرژی سیستم به سطح رسوب می کند [۶،۷]. نتایج این مقاله نشان می دهند که اسپاترینگ اثر مهمی در جابه جای اتم ها و تغییر ترکیب سطح نمونه دارد. این نتایج همچنین با گزارش های اعلام شده توسط Schoub – Suzuki [۸]، که با انجام آزمایش های دیگر بدست آمده، سازگارند.

## شرح آزمایش

نتایج ذکر شده در این مقاله در یک سیستم خلاء استاندارد با فشار پایه کمتر از  $10^{-11}$  mbar بدست آورده شده و دسته پرتو یونی بوسیله یک شتاب دهنده انرژی مجهز به چشمه یونی Colutron تولید شده است. نمونه، یک شبه بلور Al – Pd – Mn است که روی یک گونیومتر که دارای دو درجه آزادی در چرخش و سه درجه آزادی در انتقال می باشد نصب شده است. نمونه ابتدا در خلاء توسط یک سری اسپاترینگ با یون هلیوم  $He^{+}$  که بعد از هر بار اسپاترینگ حرارت داده شده، تمیز گردیده است. حرارت نهایی  $800 K$  انتخاب شده چرا که در این درجه حرارت، ترکیب سطح نزدیک به ترکیب حجم است [۹]. یک دسته پرتو یونی  $2 KeV$  تحت زاویه فرودی  $30^{\circ}$  با جریان  $120 nA$  روی سطح فرود می آید. زاویه پراکندگی و زاویه سمتی به ترتیب  $60^{\circ}$  و  $0^{\circ}$  انتخاب شدند.



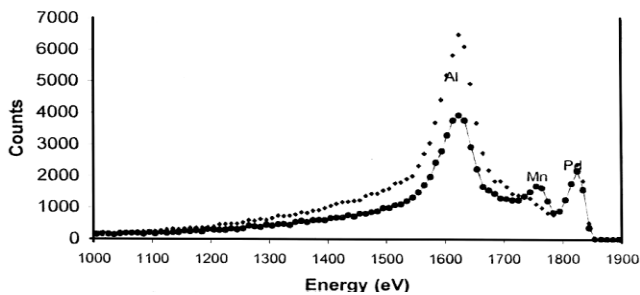
شکل ۱. اتاقک هدف Leybold – Heraeus بکاررفته برای آزمایشات.

## نتایج و بحث

### ۱. تمیز کردن نمونه

همانطور که قبلا ذکر شد نمونه ابتدا در خلاء توسط یک سری اسپاترینگ - باز پخت تمیز شد. برای اولین دوره باز پخت درجه حرارت  $450 K$  بود و سپس این درجه حرارت در هر دوره  $50 K$  افزایش داده شد تا به درجه حرارت نهایی  $800 K$  برسد. شکل (۲) طیف انرژی از سطح

همچنان که نمودار نشان می‌دهد، نسبت  $\frac{Al}{Pd}$  با زمان اسپاترینگ کاهش می‌یابد. تغییر در ترکیب سطح بیشتر ناشی از ترکیب اسپاترینگ ترجیحی، رسوب سطحی گیس و پخش می‌باشد. با این همه زیر درجه حرارت  $0.2T_m$  است که در آن دمای ذوب نمونه می‌باشد، اسپاترینگ ترجیحی مکانیسم غالب جابه‌جایی اتمی است. بنابراین این کاهش نسبت، ناشی از اسپاترینگ ترجیحی می‌باشد. نتایج این قسمت همچنین نشان می‌دهد که غلظت  $Mn$  در سطح در اثر اسپاترینگ زیاد می‌شود و برای سطحی که زمان طولانی‌تر اسپاتر شده، قله طیف بزرگی برای  $Mn$  در  $1760 \text{ eV}$  دیده می‌شود (شکل ۴) را ببیند). اسپاترینگ ترجیحی  $Al$  باعث افزایش  $Mn$  و  $pd$  روی سطح می‌شود.

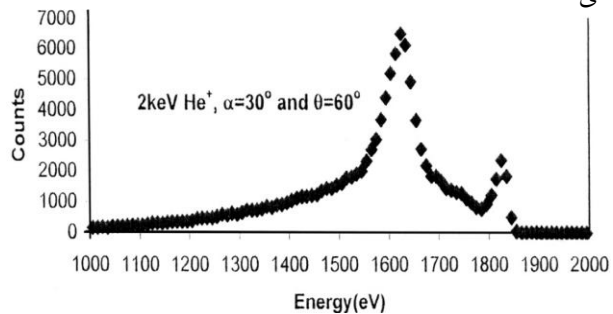


شکل ۴. طیف انرژی سطح تمیز و سطح اسپاتر شده.

### ۳. کاهش غلظت $Mn$ سطح اسپاتر شده با درجه حرارت

چنین که قبلاً توضیح داده شد، اسپاترینگ سطح باعث زیاد شدن غلظت  $Mn$  روی سطح می‌شود. در این بخش به منظور تعیین اینکه در چه حرارتی تغییر در غلظت  $Mn$  رخ می‌دهد، غلظت  $Mn$  در سطح به صورت تابعی از درجه حرارت مورد مطالعه قرار گرفت و اسکن‌های انرژی با تکنیک  $LEIS$  در فاصله حرارتی  $295K - 575K$  گرفته شد. همان‌طور که در شکل (۵) دیده می‌شود، در دو درجه حرارت پایین‌تر یک قله بزرگ برای  $Mn$  در  $1760 \text{ eV}$  دیده می‌شود. این قله همچنانکه درجه حرارت به آهستگی افزایش می‌یابد، ناپدید می‌شود و در درجه حرارت‌های متوسط،  $Mn$  از سطح به دومین لایه و لایه‌های پایین‌تر

نمونه بعد از تمیز کردن و حرارت دادن در  $800K$  را نشان می‌دهد.

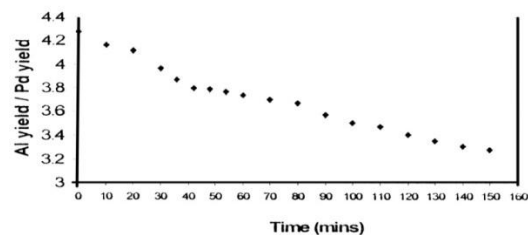


شکل ۲. طیف انرژی  $He^+$  پراکنده شده از سطح باز پخت شده تمیز.

طیف یک قله بزرگ برای  $Pd$  در  $1820 \text{ eV}$ ، یک قله برای  $Al$  در  $1630 \text{ eV}$  و قله بسیار کوچک  $Mn$  در  $1760 \text{ eV}$  را نشان می‌دهد. طبق اعلام کارخانه سازنده، نمونه دارای ترکیب حجمی  $Al_{69.9}Pd_{20.5}Mn_{9.6}$  می‌باشد. اما ترکیب سطح آن بعد از تمیز کردن و با استفاده از تکنیک بیناب‌نمایی الکترون‌اوزه چنین  $Al_{70}Pd_{20}Mn_{10}$  است [۱۰]. در آنالیزی که با استفاده از تکنیک  $LEIS$  صورت گرفته، ترکیبی به صورت  $Al_{85.7}Pd_{13.5}Mn_{0.8}$  دیده شد [۱۱].

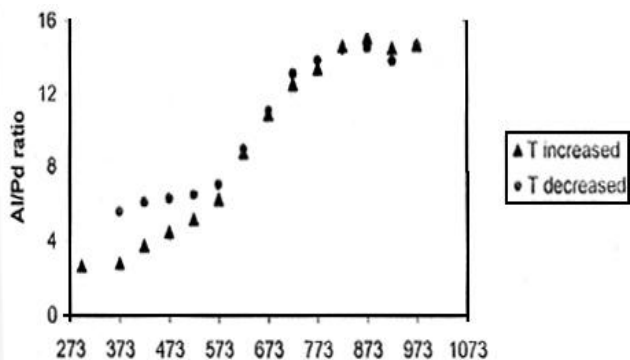
### ۲. بررسی تغییرات غلظت‌های سطحی $\frac{Al}{Pd}$ با اسپاترینگ برای نمونه تمیز شده

در این بخش از آزمایش سطح نمونه  $Al-pd-Mn$  تمیز شده، توسط یون‌های  $He^+$  با انرژی  $2 \text{ KeV}$  در درجه حرارت اتاق بمباران شد. هر ده دقیقه از غلظت عناصر در روی سطح اندازه‌گیری به عمل آمد و نسبت قله طیف  $Al$  به قله طیف  $pd$  به صورت تابعی از زمان بمباران یونی مشخص شد. نتایج در شکل (۳) رسم شده است.



شکل ۳. تغییرات زمانی شمارش  $\frac{Al}{Pd}$  برای  $He^+$  تحت زاویه فرودی  $30^\circ$  و زاویه پراکندگی  $60^\circ$ .

می گیرد [۱۲، ۱۳]. این تبخیر ترجیحی منتهی به این می شود که Pd در سطح غنی شود. بنابراین باید انتظار کاهش کمی در نسبت را داشت.



شکل ۶. تغییر شمارش  $\frac{Al}{Pd}$  با دمای باز پخت برای سطح اسپاتر شده با  $He^+$ .

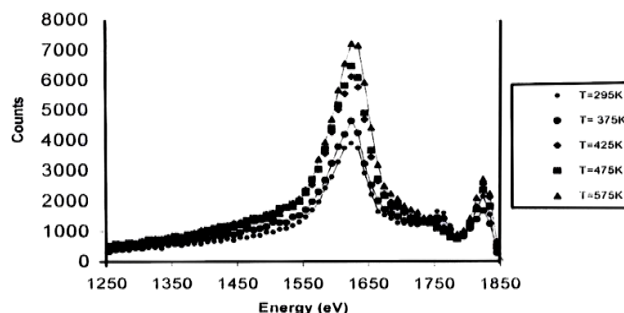
### نتیجه گیری

مطالعات LEIS اطلاعاتی درباره ترکیب سطح  $Al-Pd-Mn$  اسپاتر- بازپخت شده فراهم می آورد. دیده می شود که وقتی سطح با یون های  $He^+$  بمباران می شود غلظت  $Al$  در سطح به آهستگی تا رسیدن به حالت پایدار به علت اسپاترینگ ترجیحی کاهش می یابد. با کاهش غلظت  $Al$  در سطح غلظت های  $Mn$  و  $Pd$  روی سطح افزایش می یابد. با حرارت دادن سطح اسپاتر شده دیده می شود که در درجه حرارت های بالاتر از  $575K$ ،  $Mn$  ناپدید می شود. همچنین نتایج نشان می دهد که نسبت غلظت در سطح با افزایش دما در فاصله  $245K$  تا  $875K$  به تدریج شروع به افزایش می کند. این افزایش به دلیل رسوب سطحی گیبس  $Al$  از حجم به سطح می باشد. سرانجام، نسبت در درجه حرارت بیشتر از  $875K$  به آهستگی کاهش می یابد. این کاهش به دلیل تبخیر ترجیحی  $Al$  در درجه حرارت های بالا می باشد. تبخیر ترجیحی باعث غنی شدن  $Pd$  در سطح می شود.

### تشکر و قدردانی

مولفین از مسئولین محترم دانشگاه نیو کاسل استرالیا که امکان انجام این آزمایش را فراهم آوردند صمیمانه تشکر می کنند.

نفوذ می کند و سپس در درجه حرارت های بالاتر،  $Al$  از حجم به سطح نفوذ می کند.



شکل ۵. کاهش غلظت  $Mn$  روی سطح اسپاتر شده با بازپخت.

### ۴. مطالعه تغییرات نسبت غلظت های سطحی $\frac{Al}{Pd}$ با

#### حرارت دادن برای سطح اسپاتر شده

سطح نمونه در ابتدا تمیز و سپس برای مدت زمان طولانی (تا زمانی که نمونه به حالت پایا برسد) اسپاتر می شود بعد از اینکه نمونه به حالت پایا رسید، نسبت  $\frac{Al}{Pd}$  روی سطح نمونه در درجه حرارت های مختلف با تکنیک LEIS اندازه گیری شد. درجه حرارت نمونه از دمای اتاق تا حدود  $1000K$  افزایش یافته و سپس به آهستگی به درجه حرارت اتاق باز می گردد. به منظور جلوگیری از تغییر کردن ترکیب سطح در اثر بمباران یونی دو راهکار مورد توجه قرار گرفته است، اول اینکه در طول افزایش درجه حرارت پرتوی روی نمونه تابیده نشود و دوم سعی شده است که اسکن های انرژی در حداقل زمان ممکن و فقط روی قله مورد نظر گرفته شود. شکل (۲) نشان می دهد که بمباران یونی اثر بسیار ناچیزی روی ترکیب سطح در اولین دقایق دارد بنابراین اسکن ها باعث تغییر محسوس در ترکیب سطح نمی شوند. شکل (۶) افزایش نسبت  $\frac{Al}{Pd}$  با افزایش درجه حرارت را نشان می دهد. این افزایش به دلیل رسوب  $Al$  از حجم به سطح می باشد. شکل (۵) همچنین نشان می دهد که در درجه حرارت های بالاتر از  $873K$ ، نسبت  $\frac{Al}{Pd}$  تقریباً ثابت است یا به مقدار کم کاهش می یابد. در درجه حرارت های بالاتر از  $900K$  تبخیر ترجیحی  $Mn$  و  $Al$  صورت

### مراجع

1. F. Samavat, B.V. King and D.J. O'Connor, *Low energy ion scattering*, Surface Review and Letters, Vol, **14** (2007) 31-41.
2. M.J. Gladys, F. Samavat, B.V. King and D.J. O'Connor, *Modeling and measurement of Al interlayer diffusion in Pd(100): A low-energy ion scattering study*, Phys. Rev.B, **69** (2004) 1654/8.
3. P. Sigmund and N.Q. Lam, *Stoichiometry Control during deposition by ion beam sputtering*, MfM, **43** (1993) 255.
4. R. Behrisch, *Sputtering by particle Bombardment I*, Springer-Verlag, Berlin (1981).
5. N. Lam, H. Hoff, H. Wiedersich and L. Rehn, *Computer Simulation of the Surface composition in a Ni-Au alloys*, Surf. Sci, **149** (1985) 517.
6. L. Zhu, B.V. King, D.J. O'Connor and E. Zur Mulhen, *Segregation and Preferential Sputtering of Al*, J. Phys. D:Appi. Phys, **29** (1996) 2564-2569.
7. D. Mclean, *in Grain Boundaries in Metals*, Clarendon, Oxford, (1957).
8. T.M. Schaub, D.E. Burgler, H.J. Guntherodt, J.B. Suck and M. Audier, *Effects of surface Electronic structure of quasicrystalline surfaces: preparation and bulk structure*, Appl. Phys. A, **61** (1995) 491.
9. Z. Shen, M.J. Kramer, C.J. JenKs, A.I. Goldman, T. Lograsso, D. Delaney, M. Heinzing, W. Raberg and P.A. Thiel, *Surface Characteristics Quasicrystalline Materials*, Phys. Rev. B, **58** (1998) 9961-9971.
10. C. JenKs, J. Burnett, D. Delaney, T. Lograsso and P.Thiel, *Effect of sputtering gas on the surface composition of an Al-Pd-Mn quasicrystal*, Appl. Surf. Sci, **157** (2000) 23-28.
11. M. Gierer, M.A. Van Hove, A.I. Goldman et al, *Fivefold surface of quasicrystalline AlPdMn: Structure determination using low-energy-electron diffraction*, Phys. Rev. B, **57** (1998) 7628-7641.
12. S. SuzuKi, Y. Waseda, N. Tamura and K. Urban, *Crystalline surface structures induced by ion sputtering of Al-rich icosahedral quasicrystals*, Scr.Mater.**35** (1996) 891.
13. C.J. JenKs, D.W. Delaney, T.E. Bloomer, S. L. Chang, T.A. Lograsso, Z. Shen, C.M. Zhang and P.A. Thiel, *Preparation of well-defined samples of AlPdMn quasicrystals for surface studies*, Appl. Surf. Sci, **103** (1996) 485-493.