

EÖTVÖS LORÁND TUDOMÁNYEGYETEM
TERMÉSZETTUDOMÁNYI KAR

IONSUGARAS FELÜLETI MEGMUNKÁLÁS
NAGYENTRÓPIÁS ÖTVÖZETEN

OTDK DOLGOZAT

Klettner Lilla Barbara
Fizika BSc



ELTE

EÖTVÖS LORÁND
TUDOMÁNYEGYETEM

Témavezetők:

Windisch Márk

Dr. Dankházi Zoltán

ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék

2024. július 24.

Köszönetnyilvánítás

Köszönetet szeretnék mondani Windisch Márk és Dr. Dankházi Zoltán témavezetőimnek, akik lehetőséget teremtettek kutatásom elvégzésére és a mikroszkópok kezelésének elsajátítására, továbbá folyamatos szakmai iránymutatásokkal, töretlen lelkesedéssel vezették munkámat. Köszönettel tartozom még Dr. Vida Ádámnak a minta használatáért, illetve a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék munkatársainak az EBSD használatért. Köszönöm az Anyagfizikai Tanszék vezetőinek, Dr. Groma Istvánnak, Dr. Gubicza Jenőnek, és Dr. Révész Ádámnak, hogy támogatták a SEM-en és AFM-en végzett munkáimat.

Végül, de nem utolsó sorban szeretném megköszönni családomnak a dolgozat írása alatt felém mutatott végtelen támogatásukat.

Absztrakt

A 20. század második felében fejlődésnek indult a mikro- és nanotechnológia, mely számos tudományterület fejlődését vonta magával, köztük az anyagtudományét is. Ennek eredményeként a 20. század második felétől, egészen napjainkig többek között az ion-sugaras felületkezelés, ezen belül pedig az anyag-ion kölcsönhatás is erősen kutatott témává vált. Mára az ezen kölcsönhatásokon alapuló technikák számos területen, például az orvostudományban, különböző alkatrészek bevonatának gyártásában is megjelentek. Az ionos felületi megmunkálás egyik friss kutatási területe a nagyentrópiás ötvözeteken (HEA) végzett felületi strukturálás.

Munkám során fókuszált gallium ionnyalábbal sugároztam be egy közel azonos arányban Cr, Fe, Co, Ni és Ga elemekből álló, hőkezelt, kétfázisú, nagyentrópiás ötvözet felületét. A mintán öt darab besugárzást végeztem, melyek között kizárólag az ionnyaláb beesési szögét növeltem 45° -tól 65° -ig 5° -os lépésközzel. A beesési szög alatt a minta normálisával bezárt szöget értem. Az ionenergia, az ionáram, az iondózis, illetve a besugárzott terület nagysága minden egyes besugárzás esetén azonos volt. Az egyes területek különböző fázisú részein azok eltérő porlódási tulajdonságaiknak köszönhetően különböző felületi struktúrák jöttek létre, melyekből a két leggyakoribb az oszlopos és a sima mintázat volt. Az 55° -os besugárzáshoz tartozó terület FCC fázisán felszíni hullámosodás is megjelent.

A besugárzott felületeket pásztázó elektronmikroszkóp és atomerő-mikroszkóp segítségével vizsgáltuk, majd a besugárzott HEA kétfázisú területein porlasztási hozamokat számoltam, melyeket szimulációs eredményekkel hasonlítottam össze. A területekről visszaszórtelektron-diffrakciós méréseket készítettünk, melyek segítségével megállapítottuk a fázisok rács típusait és orientációját, valamint vizsgáltuk a porlódás orientáció függését az 55° -os beesési szögű besugárzással készített terület BCC fázisain.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	1
2. Irodalmi áttekintés	2
2.1. Nagyentrópiás ötvözetek	2
2.2. Ionos megmunkálás	3
2.2.1. Energia	4
2.2.2. Szögfüggés	5
2.2.3. Rendszám	6
3. Elméleti leírás	7
3.1. Az ionporlasztás alapjai	7
3.2. Porlasztási hozam számítása	8
3.2.1. Kilépő atomok száma	8
3.2.2. Bevitt ionok száma	9
3.2.3. Iondózis meghatározása	9
4. Vizsgálati módszerek	10
4.1. Atomerő-mikroszkóp (AFM)	10
4.1.1. Felépítés és működés	10
4.1.2. Üzem módok	11
4.1.2.1. Kontakt üzemmód	11
4.1.2.2. Kontakt nélküli üzemmód	11
4.1.2.3. Tapogató üzemmód	11
4.1.2.4. Módszerek	11
4.2. Gwyddion	12
4.3. Pásztáztató elektronmikroszkóp (SEM)	14
4.4. Fókuszált ionnyaláb (FIB)	16
4.4.1. Berendezés	16
4.4.2. Forrás	17
4.5. Visszaszórt elektron detektor (EBSD)	18
4.6. Energiadiszperziós spektrométer (EDS)	20
5. Kísérleti eredmények és értelmezésük	21
5.1. A minta előkészítése	21
5.1.1. Körülmények	21
5.1.2. Fázisvizsgálat	21
5.1.3. Anyagösszetétel	22
5.2. Ionos besugárzás	23

5.3.	Besugárzott terület morfológiai vizsgálata	25
5.4.	Porlasztási hozamok meghatározása	30
5.4.1.	Porlasztási hozam kiszámítása	30
5.4.2.	Porlasztási hozam meghatározása SRIM szimulációs programmal	34
5.4.3.	Porlasztási hozamok összehasonlítása	35
5.5.	A besugárzott területek orientáció vizsgálata	36
6.	Összefoglalás	41
7.	További célok	42

1. Bevezetés

Az anyagtudomány fejlődése a mikro- és nanotechnológia kialakulásával és fejlődésével járt együtt. Ez mára már az élet legtöbb területén jelen van például számítógépek gyártásában, orvosi eszközökben vagy akár mindennapi okos háztartási eszközök működéséhez szükséges chipekben.

A mikro- és nanotechnológia fejlődése az ipar fejlődését is nagyban befolyásolja. Ipari szempontból érdekes kutatási lehetőség a jelenleginél nagyobb kopásállósággal rendelkező, könnyű fém bevonatok készítése, melyre számos helyen felhasználható lenne, például az autó- és repülőgépgyártásnál, vagy akár az űrkutatás eszközeiben. Az ipar, és az orvostudomány fejlődése szempontjából jelentős új kutatási terület a nagyentrópiás ötvözetek (HEA) vizsgálata. A nagyentrópiás ötvözetek felépítése eltér az eddig ismert fémötvözetektől, melyből adódóan számos fizikai (mechanikai, mágneses, elektromos) tulajdonságuk jól hangolható.

Kutatásom során Cr, Fe, Co, Ni és Ga atomokból álló nagyentrópiás ötvözet vizsgálatával foglalkoztam. Céлом volt a fókuszált ionsugaras besugárzás hatásának vizsgálata az ötvözet felületén. Vizsgáltam a felületen a besugárzás területén megjelenő felületi morfológiát. Meghatároztam az ötvözet kiválásainak atomarányait, illetve fázisait, és az egyes fázisok porlódási hozamait, melyet szimulációs eredményekkel hasonlítottam össze. Ezekből megfigyeltem, hogy a porlasztási hozam függ az ionnyaláb beesési szögétől, de ezen felül a céltárgy különböző tulajdonságaitól is, melyek közül a rácstípust és az orientációt vizsgáltuk mélyebben.

2. Irodalmi áttekintés

2.1. Nagyentrópiás ötvözetek

A nagyentrópiás ötvözetek a 21. század kezdete óta évről-évre egyre nagyobb érdeklődést váltanak ki az anyagtudományban. Elsőként Yeh és Cantor hívták fel a figyelmet a nagyentrópiás ötvözetek különleges tulajdonságaira 2004-es publikációikban [1, 2].

A HEA olyan fémötvözet, amely jellemzően 4 vagy több fém azonos arányú keverékéből jön létre. Tulajdonságai különböznek az eddig ismert fémötvözetekétől, mivel esetünkben nem a főkomponensbe épül be egy (vagy több) másik fém, hanem az összes alkotóelem főkomponens, melyek azonos arányban vannak jelen az ötvözetben. A HEA-k ezen komplex kompozíciójából adódóan számos különleges és szokatlan tulajdonsággal rendelkeznek. Yeh és Cantor elmélete azon alapult, hogy mivel az elemek hasonló koncentrációval vannak jelen, ezért a keverési entrópia mértéke nagy, melynek hatására a több komponensű rendszer szilárd oldat fázisként stabilizálódik lapcentrált köbös (FCC), tércentrált köbös (BCC) és szoros illeszkedésű hexagonális (HCP) rácsokban kristályosodva, míg az intermetallikus fázisok kialakulása elhanyagolható mértékűvé válik.

A 2004-es publikáció számos további kutatást eredményezett [3, 4, 5, 6, 7, 8], melyek alapján a nagyentrópiás ötvözeteknek négy fő tulajdonságát állapították meg:

I. A HEA szilárd oldatok magas konfigurációs entrópiája a szilárd oldatokat stabilizálja az intermetallikushoz képest, mivel döntő hatással van a fázis Gibbs-energiájára.

II. Az ötvözőelemek méretbeli eltérése miatt az ötvözetek kristályrácsaiban nagy rácsfeszültségek vagy éppen torzulások léphetnek fel, mely számos hatást gyakorol az ötvözetek fizikai és mechanikai tulajdonságaira.

III. A HEA-k rácsában a kötési környezet fluktuál. Ez azzal jár, hogy az atomok diffúziója a sok elemet nagy koncentrációkban tartalmazó szilárd anyagokban, bizonyos esetekben lassú.

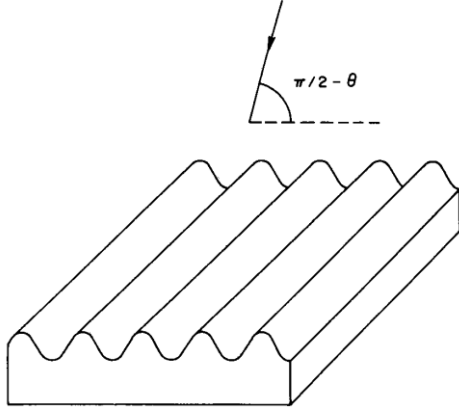
IV. A HEA-k szerkezeti összetettsége az úgynevezett Koktél-effektushoz vezet, melynek lényege, hogy az elemek közötti kölcsönhatások szokatlan viselkedéshez, valamint átlagos kompozit tulajdonságokhoz vezetnek.

Megemlítjük, hogy az **I.** szabály mára elavult. Akkoriban tévesen arra következtettek, hogy a Gibbs-fázisszabály értelmében sok fázis tarthatna egyensúlyt egy sokkomponensű rendszerben, de ma már tudjuk, hogy a sok fázis csak lehetőség, nem követelmény. Így a konfigurációs entrópia fontos szereplő, de nem biztos, hogy ez tartja vissza a rendszert attól, hogy intermetallikus fázisok alakuljanak ki.

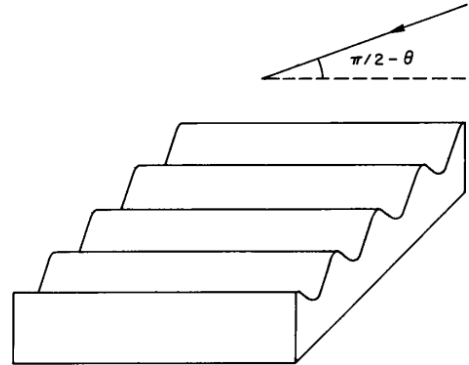
2.2. Ionos megmunkálás

A nagyentrópiás ötvözetekhez hasonlóan a 20. század második felében az anyagtudomány elterjedt részévé vált az anyagok ionsugaras felületi megmunkálása is.

Ennek egyik ma is nagyban kutatott felismerése a besugárzás hatására kialakuló felületi hullámosság, melyről elsőként Navez publikált 1962-ben [9]. A felületi hullámosság vizsgálatának egyik sokat hivatkozott elmélete a Bradley Harper modell [10]. Az elmélet szerint, ha az ionnyaláb a felszín normálisával Θ_c kritikus szöget zár be, akkor a besugárzás irányával párhuzamosan kialakuló hullámok figyelhetők meg a minta felületén (1. ábra). A bezárt szöget egyre növelve, surlódó szögeknél a hullámosság az ionnyalábra merőleges lesz (2. ábra). Ezen hullámok hullámhossza néhány száz Å-tól akár $1\text{ }\mu\text{m}$ -ig is terjedhet.



1. ábra. A nyalábbal párhuzamos hullámvektorú hullámosság [10].



2. ábra. A nyalábra merőleges hullámvektorú hullámosság [10].

A jelenséget az első magyarázatok a hidrodinamikus áramlási hatásokra vezették vissza, azonban további kutatásokból kiderült, hogy a hullámosság olyan alacsony nyomásokon is megjelenik, hogy bármilyen hidrodinamikai áramlási hatás elhanyagolható [11, 12]. Carter [12] szerint a homokfúvás analógiája sokkal közelebb áll a valósághoz. Amikor szilárd felületet (például sivatag) szilárd részecskékkal fújnak be (homokszemek a szélben) nem a felületre merőleges beesési szöggel, akkor hullámosság jelenik meg a részecskeáram felületi komponensével párhuzamos hullámvektorral.

A felületi erózió változása a beesési szög függvényében szintén megjelenik ebben az analógiában. Azonban ezen túlmenően ki is fogynak a hasonlóságok, hiszen a homokfúvástól eltérően az ionbombázás keltette hullámhossz akár két nagyságrenddel is nagyobb lehet, mint az az úthossz, ami alatt a részecske kölcsönhatásban van az anyaggal.

A jelenség leírására nincs olyan elmélet, ami minden esetben megegyezik a kísérletekkel. A legközelítőbb, leggyakrabban hivatkozott leírás a Bradley-Harper modell [10], mely a porlasztási hozam görbületfüggéséből indul ki. Ugyanakkor sok kísérleti eredménnyel ez is ellentmond.

A felületi hullámosság kutatása azért előremutató, mert a nagy beesési szögű ionos besugárzást alkalmazzák felületek polírozására, azonban a sima felület kialakulását gátolja, hogy ezen beesési szögeknél hullámosság jelenik meg a felületen. A jelenség előnye, hogy mivel a hullámok hullámhossza lehet összemérhető nagyságú a látható fény hullámhosszával, így az ilyen fajta felületi megmunkálás jól reprodukálható és egyszerű módja lehet diffrakciós rácsok készítésének. Az ionsugaras technika lehetőséget biztosít akár néhány tíz nanométeres periodikus struktúrák létrehozására a felületen, melyek segítségével spektroszkópiában használatos hordozók készítésére van lehetőség.

Az ionos megmunkálás kutatásai vizsgálják a porlódási tulajdonságokat a besugárzás energiája, az ionnyaláb beesési szöge, és a rendszám függvényében [13, 14].

2.2.1. Energia

Az energia függvényében a besugárzás hatása az anyagra lehet felületi, felület közeli, vagy térfogati.

5 eV-nál kisebb ionenergia esetén az ionok csak a céltárgy felső atomsorával lépnek kölcsönhatásba, melynek eredményeként vagy visszaverődnek vagy deszorbeálódnak a minta felületén.

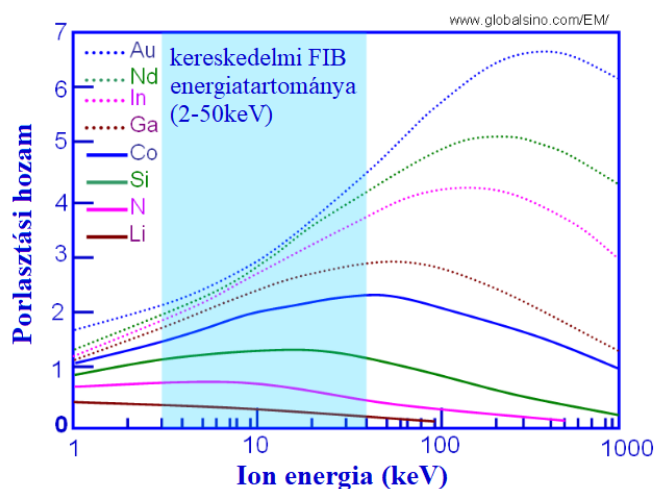
Abban az esetben, ha az ionenergia eléri az atomok kötési energiáját az ion képes kiszakítani az atomokat rácsbéli helyükről. Ezek viszont, ha az ion energiája nem éri el az anyagra jellemző porlódási küszöbenergiát, nem tudják elhagyni a mintát, így kristályhibákat hoznak létre.

A porlódási küszöbenergiát meghaladva az atomok képesek elhagyni a mintát, ez az atomok porlódása. Ennek minimális ionenergia értéke anyagtól függően 10-100 eV között van.

Az ionenergiát tovább növelve az ionok képesek mélyebbre hatolni a mintában, ezzel térfogati roncsolódást okozva. A porlasztás hatásának azonban olyan maximum ener-

giaértéke van, melyet meghaladva a porlasztás mennyisége csökkenni kezd. A maximális ionenergia néhány keV-MeV energiatartományba esik.

A porlasztási hozam energiafüggése a 3. ábrán látható.



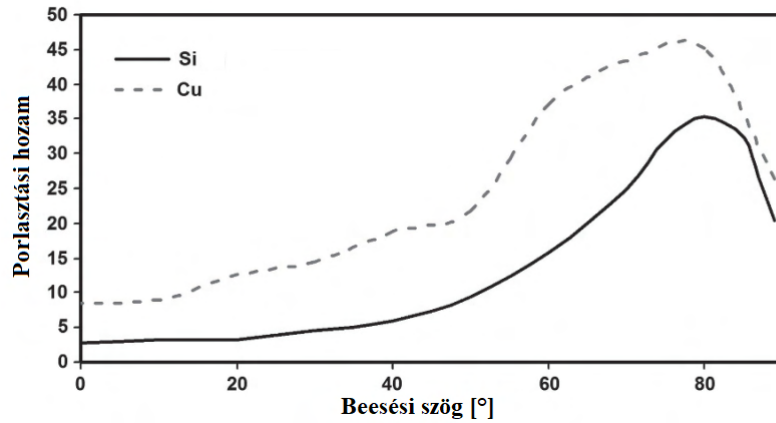
3. ábra. Az Au, Nd, In Ga, Co, Si, N és Li ionok porlasztási hozama az energiájuk függvényében Si céltárgyon végzett besugárzáskor [15].

Ionokkal nem csak porlasztani lehet az anyagokat, de implantációt is lehet végezni. Ennek során a nagy energiára felgyorsított ionok az anyagban egyre mélyebbre hatolva ütközések nyomán egyre jobban veszítenek energiájukból, majd összes energiájukat elveszítve adott mélységben megállnak.

2.2.2. Szögfüggés

Az ionbombázás okozta porlasztási hozamot a teljes szögtartományban mérik. Az 5-30 keV energiatartományban megválasztott energiájú Ga-ionos besugárzások esetében a porlasztási hozam a beesési szöget növelve exponenciálisan nő, majd 75° és 85° között eléri maximumát, végül hirtelen lecsökken. Ennek 30 keV energiájú, Ga-ionos besugárzással Si és Cu egykristály céltárgyakon végzett mérésének összefoglalója látható a 4. ábrán.

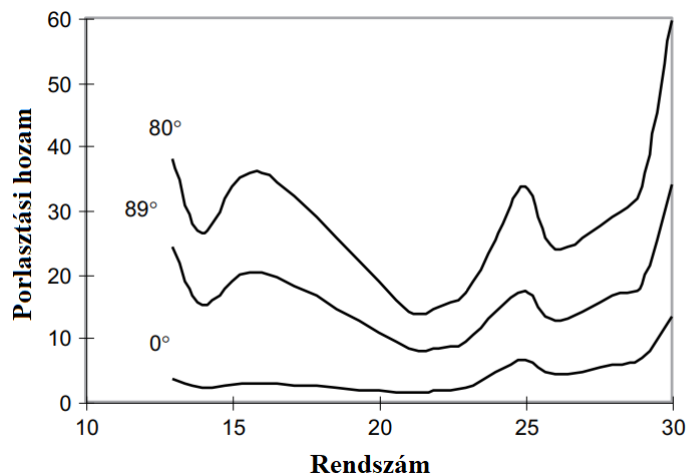
Az eredmények alapján meghatározható például a TEM minták preparációjára alkalmas besugárzási szög. Barna és társai 1990-es publikációjában [16] megmutatták, hogy a 85° -nál nagyobb szögű besugárzás alkalmatlanabb az előkészítéshez, mint a kisebb szögek, mert ekkora beesési szög esetén már megjelennek a szabályos hullám felületi struktúrák.



4. ábra. A porlasztási hozam szögfüggése Si és Cu egykristályokra 30 keV energiájú, Ga-ion nyaláb hatására [13].

2.2.3. Rendszám

Lucille és társai [13] cikkükben a Ne és Zn közötti rendszámtartományba eső elemek porlódását vizsgálták állandó porlasztási paraméterek mellett, szimulációs program segítségével. Ennek eredménye az 5. ábrán látható.



5. ábra. A porlasztási hozam rendszámfüggése 25 keV energiájú Ga-ionokra. A megjelenő csúcsok az ionnyaláb beesési szögétől függetlenül ugyanazon helyeken jelentek meg [13].

A mérésekből kiderül, hogy a porlasztási hozam a rendszámtól erősen függ, melyet a cikk az elemek elektronszerkezetének tulajdonít.

3. Elméleti leírás

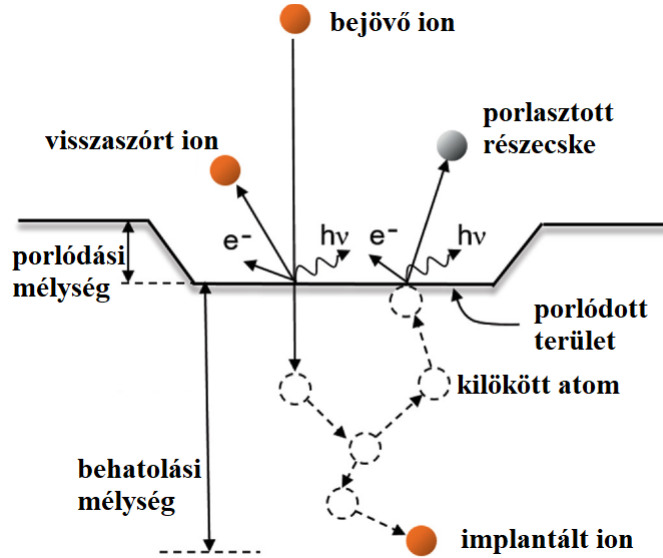
Ebben a fejezetben a vizsgált területek elkészítése és kiértékelése során használt fő elméleti hátttereket: az ionporlasztás alapjait és a porlasztási hozam általam használt számítási módját tárgyalom.

3.1. Az ionporlasztás alapjai

Ha a mintát fókuszált ionnyalábbal sugárzunk be, akkor megfelelő körülmények között az ionok képesek az anyagból atomokat kilökní miközben ők maguk rugalmatlan ütközéseket szenvednek (6. ábra). Az atomok ezen kilökését és eltávolítását az anyagból porlódásnak nevezzük. Annak érdekében, hogy a kilökődés bekövetkezhesen, a céltárgy atomjának elegendően nagy energiát kell átadni, hogy az el tudja hagyni a mintát.

Ezen megfontolásokból könnyen belátható, hogy a minta felszínén elhelyezkedő atomok porlódása a legvalószínűbb. Az atomok akkor tudják elhagyni az anyagot, ha az ütközésből nyert impulzusuk felületre merőleges komponense meghaladja az atomokat rögzítő felületi kötési energiát. Ekkora energia átadásnak akkor van a legnagyobb valószínűsége, amikor az ion még nem veszített az energiájából az anyaggal történő korábbi kölcsönhatások nyomán, mely a minta felszíni rétegén jellemző. Minél több ütközés következik be, annál nagyobb a porlódás valószínűsége, tehát a felszíni atomok helyzete a porlasztás szempontjából amiatt is kedvező, mert ezeket éri a legtöbb ion. A mintában mélyebben elhelyezkedő atomok kilökődésének valószínűsége kicsi, mivel az ionok jelentős mértékben veszítenek az energiájukból a feljebbi rétegekkel való kölcsönhatás során.

A kristályrács porlódását befolyásoló további tulajdonságok az atomok felszíni kötési energiája, az ionnyaláb beesési szöge, a kezdeti ionenergia, a behatolási mélység, és az átadott impulzus vektorának iránya.



6. ábra. Az ion-anyag kölcsönhatást illusztráló ábra [17].

3.2. Porlasztási hozam számítása

A porlasztási hozam az egy ion becsapódása következtében a mintát elhagyó atomok átlagos számát jelenti. Ez meghatározható a vizsgált területet elhagyó atomok számát elosztva a területre bevitt ionok számával.

3.2.1. Kilépő atomok száma

A kilépő atomok száma (az 1) képlettel határozható meg.

$$Pa = \frac{mN_a}{M_{\text{átlag}}}, \quad (1)$$

ahol Pa a kilépő atomok száma, m a tömeg, N_a az Avogadro-állandó, $M_{\text{átlag}}$ pedig az átlagos moláris tömeg.

Az N_a mennyiség adott, értéke $6,022 \cdot 10^{23}$ db. Az átlagos moláris tömeget úgy határoztam meg, hogy az egyes elemek moláris tömegeit megszoroztam a fázisban mért atomarányaikkal, mellyel súlyozott átlagot kaptam a moláris tömegre. A tömeg (a 2) képlettel adható meg.

$$m = V \rho_{\text{átlag}}, \quad (2)$$

ahol V a kiporlasztott térfogat nagysága, $\rho_{\text{átlag}}$ pedig az anyag átlagsűrűsége.

A minta sűrűségének a moláris tömeghez hasonlóan az egyes elemek sűrűségének súlyozott átlagát vettem. A porlódás térfogata a porlódási terület nagyságának

(A) és a porlódás mélységének (d) szorzataként írható fel, mely adatok meghatározhatók az imageJ és Gwyddion programok segítségével. Az imageJ szabálytalan alakú területek nagyságának mérését teszi lehetővé, a Gwyddion programból pedig vonalprofilok segítségével meghatározható a fázisok porlódás utáni mélysége(5.3). Így minden paraméter meghatározható a mintát elhagyó atomok számának kiszámításához.

3.2.2. Bevitt ionok száma

A bevitt ionok száma az iondózis és a besugárzott terület nagyságának szorzataként írható fel.

3.2.3. Iondózis meghatározása

Az iondózis a felületegységre jutó ionok száma, mely (a 3) képlettel adható meg.

$$D = \frac{I_{\text{ion}}}{Ae}t, \quad (3)$$

ahol D az iondózis, I_{ion} az ionnyaláb áramerőssége, A a besugárzott felület mérete, e az elektron töltése, t pedig a besugárzás időtartama.

Mérésünk során csak az ionnyaláb beesési szögét változtattuk az egyes besugárzások között, az ionáramot, a besugárzott terület nagyságát és a besugárzás időtartamát változatlanul hagytuk, vagyis a mérés során az iondózis értéke minden esetben ugyanakkora volt. A mérés során használt, az iondózis meghatározásához szükséges adatok és az iondózis ezekből számított értéke az 1. táblázatban olvashatók.

$I_{\text{ion}}[\text{nA}]$	$A [\mu\text{m}^2]$	$t [\text{s}]$	$D \left[\frac{\text{ion}}{\text{cm}^2} \right]$
3	225	60	$5 \cdot 10^{17}$

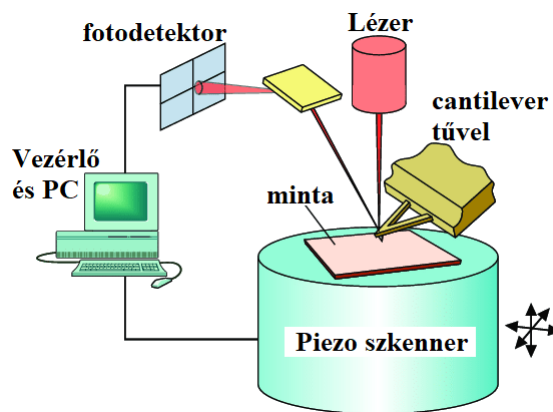
1. táblázat. Adatok az iondózis meghatározásához és az iondózis értéke.

4. Vizsgálati módszerek

4.1. Atomerő-mikroszkóp (AFM)

4.1.1. Felépítés és működés

A felületi morfológia vizsgálatára az ELTE TTK Anyagfizikai Tanszékén található AIST-NT Smart SPM-1000 típusú atomerő-mikroszkópot használtuk. Ennek felépítése a 7. ábrán látható.



7. ábra. Az AFM felépítése [18].

A berendezés olyan Si tűvel rendelkezik, mely atomi szinten hegyes, mely például fókuszált ionnyaláb (FIB) segítségével készíthető el. A tűt piezo-elektromos kristályok segítségével 0,01 nm pontossággal lehet mozgatni. Egy mintához elég közel, vagy arra ráhelyezve a tűt annak hegye és az anyag atomjai/molekulái közt vonzó Van der Waals, illetve taszító elektrosztatikus kölcsönhatásból származó erők lépnek fel. Az erők távolságfüggését a 8. ábra mutatja. A tűt a minta felett pásztázva mozgatva és lekövetve mélységbeli mozgását a kapott adatok segítségével feltérképezhető a minta felületi morfológiája. Mozgásának lekövetésére a tűn hajlékony tükör helyezkedik el (cantilever) melyre lézersugarat irányítva az a négysegmensű félvezető detektorra verődik vissza. Ha a tű mozog, akkor a lézer visszaverődési szöge is változik, így a visszavert nyaláb helye is módosul a detektoron. A vezérlő szoftver úgy mozgatja el a cantilevert, hogy a lézersugár visszatérjen a négysegmensű félvezető detektor közé-pére. A cantilever és a piezo szkanner mozgatásához használt adatokat a mikroszkóp szoftvere képpé alakítja.

4.1.2. Üzem módok

Az atomerő mikroszkópnak alapvetően három fajta üzemmódját különböztetjük meg: kontakt üzemmódot, kontakt nélküli üzemmódot és tapogató módot. Ezen üzemmódokon belül pedig további két módszert használhatunk: az állandó erő-, illetve az állandó magasságon tartást.

4.1.2.1. Kontakt üzemmód A kontakt üzemmódban a tű hozzáér a mintához. Ekkor az atomok közötti elektrosztatikus taszító erőt használjuk a méréshez. Ebben a módban a mintát kis mértékben ugyan megsértjük, de nem annyira, hogy az a mérés eredményét számottevően befolyásolja. Nagy előnye, hogy nagyobb felbontást érhetünk el vele, mint a kontakt nélküli üzemmóddal.

4.1.2.2. Kontakt nélküli üzemmód Ebben az üzemmódban a tű nem ér hozzá a minta felszínéhez, így itt a molekulák közötti Van der Waals vonzóerőt használjuk a méréshez. Az üzemmód előnye, hogy a mintát nem sértjük meg, hátránya a rosszabb felbontás.

4.1.2.3. Tapogató üzemmód A tű tulajdonképpen hozzáér a mintához, de nem végig húzódik rajta, mint a kontakt módban. A tűt a cantilever sajátfrekvenciájával rezegtetjük, úgy hogy az kissé hozzáér a minta felszínéhez, miközben végigpásztázzuk vele a mintát. Az üzemmód ötvözi az előző kettő előnyeit, tehát megkapjuk a kontakt mód nagyobb felbontását, ugyanakkor kevésbé sértjük meg a mintát, mint a kontakt móddal.

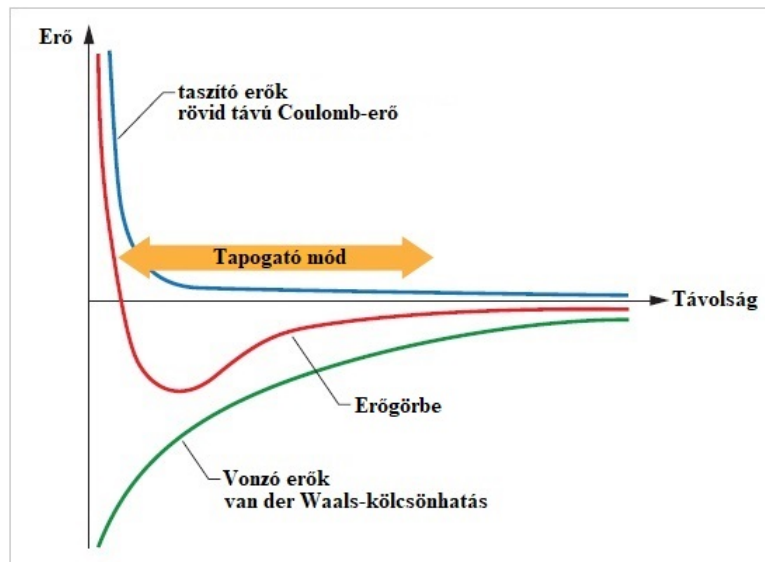
4.1.2.4. Módszerek

Állandó magasságon tartás

Ebben a módban a tűt a minta felett a pásztázás során végig állandó magasságon tartjuk, és így a minta egyes pontjain mért erőhatások nagyságát követjük le, ebből megállapítható a felszín magassága az egyes pontokban.

Állandó erőn tartás

Ekkor a tű és a minta között fellépő Coulomb-erőt visszacsatolással konstans értéken tartjuk, így lekövetve a tű mozgását a fent részletezett módon megkapjuk a minta topográfiáját.



8. ábra. A tű és a minta között fellépő kölcsönhatásból adódó erő távolságfüggése [19].

4.2. Gwyddion

Az AFM-mel készített képek kiértékeléséhez a Gwyddion nevű kiértékelő programot használtam.

Első lépésként a megnyitott fájlokra mindig a következőket alkalmaztam.

- *Level data by mean plane subtraction:* Ez az adatokat egy síkba hozza úgy, hogy a síkot az összes képpont segítségével meghatározza, majd ezeket kivonja az adatokból.
- *Align rows using various methods:* Az x -tengely mentén felvett vonalak a képalkotás során eltolódhatnak egymáshoz képest vagy eltérő meredekségűek lehetnek. Ezen sorkorrekciókkal lehet javítani, melynek különböző algoritmusait kínálja fel a program. A kiértékelés során mindig a polinomiális módszert választottam, ezen belül pedig főleg negyed és ötöd rendű polinom illesztést. Ez az eszköz a kiválasztott rendű polinomot illeszti, majd kivonja a vonalból.
- *Correct horizontal scars:* A pásztázási tengellyel párhuzamosan gyakran megjelenő szkennelési hibák a vonalhibák, vonal menti hegek. Ez a funkció megtalálja és a szomszédos vonalak felhasználásával kitölti a hiányzó részeket.
- *Shift minimum data value to zero:* Ez mindössze annyit tesz, hogy minden egyes adatponthoz konstans értéket hozzáadva a minimum értéket a nullához igazítja.

- *Stretch color range to part of data*: Ez az eszköz nem változtat az adatokon, hanem az egyes értékek színekké konvertálását szabályozza. Ez a funkció többféle színtérképezési módot is ajánl, melyekből én a "fixed" funkciót használtam. Ebben a teljes színtartomány alsó és felső határait a felhasználó manuálisan állíthatja be. (A program az adatokból olyan diagrammot rajzol, melynek x -tengelye a magasságértékeket ábrázolja, ennek segítségével pedig könnyen látható, hogy mely magasságértékek között helyezkednek el az adatok. Tehát ezen függvényen a nem nulla/konstans y értékkel rendelkező területet kijelölve adhatjuk meg a legmegfelelőbb színtartományt.) Az adatértékeket a program lineárisan leképezi színekké a kiválasztott színtartománynak megfelelően.

Ezek után először az egyes fázisokat vizsgáltam, melyhez a következő eszközöket használtam:

- *Calculate row/column statistical functions*: Ezzel az eszközzel határoztam meg a területek felületi durvaságának (RMS) értékeit. Ezt a következő képlettel számítja a program:

$$\text{RMS} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N (z_n - \bar{z})^2}, \quad (4)$$

ahol z_n a mért pont magassága, $\bar{z}$ az összes mért pont magasságának átlaga, és N a mért pontok száma.

- *Extract profiles along arbitrary lines*: Ennek segítségével lehet az egyes objektumok (oszlopok, hullámok) x irányú távolságát meghatározni. Ezzel mértem meg a hullámhosszakot, az oszlopok távolságát, illetve a későbbiekben említett magasságértékeket.

A kijelölt vonal mentén, rendszeres közönként történő mintavételezésből kapott adatok segítségével hozza létre a program ezen eszköze a vonalprofilokat. A minták száma megfelel a vonal hosszának pixelekből kifejezett értékével. A mérés során előfordult, hogy nem tökéletesen horizontális vagy vertikális vonalakat húzva vettük fel az adatokat, ami miatt vannak olyan értékek, amelyek nem pont az egyes pixelek középpontjában helyezkednek el. Ezeket az értékeket a program a kiválasztott interpolációs móddal közelíti és így alkotja meg a vonalprofilot.

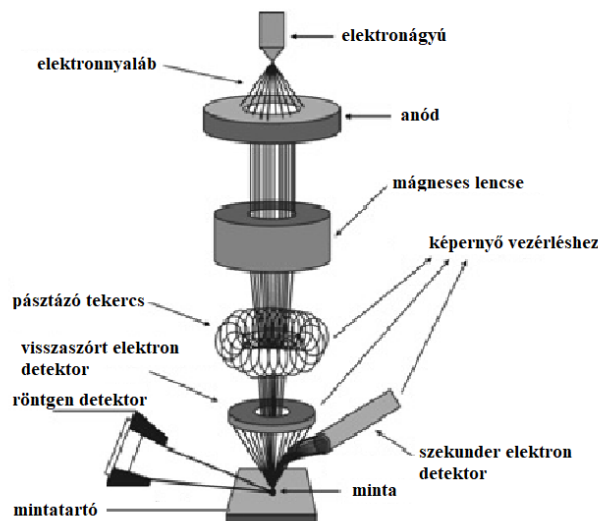
Az egyes fázisok egymáshoz képest mért magasságértékeinek mérésénél a vonalakat úgy vettem fel, hogy azok merőlegesek legyenek a szemcsehatárokra, ezzel is csökkentve a hibát.

- Az oszlopok magasságát a *Slice Volume Data* funkcióval határoztam meg. Ebben kurzort mozgatva a minta z-tengely menti szeleteit látjuk, ahol a sárga kiterjedt pontok az objektumokat jelölik. Az aktuális magasság a *Z* pozícióból olvasható ki. A magasság meghatározásához azt a szeletet választottam, amin az AFM képen látható oszlopok legtöbb csúcsa már megjelenik.

4.3. Pásztászó elektronmikroszkóp (SEM)

A mérés során az ELTE TTK Központi Kutató és Ipari Kapcsolatok Centrumában található FEI Quanta 3D-FIB nagyfelbontású kétsugaras készüléket használtuk.

A fénymikroszkóp legnagyobb felbontása, mely 200-300 nm körüli értékű, túl kevés a 10-100 nm nagyságrendű felületi struktúrák megfigyeléséhez. Az ilyen mérettartományba eső objektumok vizsgálatokhoz pásztászó elektronmikroszkópot használunk, melynek felépítése a 9. ábrán látható.



9. ábra. A SEM felépítése [20].

Az elektronágyú hozza létre a képalkotáshoz használt elektron nyalábot. Az elektronágyúban három fajta forrás használatos:

- Izzókatódos: Itt az izzókatód hevített volfrám szál. Ebben az esetben az elektronok kilépéséhez szükséges energiát az izzási hőmérsékletre fűtött katód termikus energiája adja.
- Téremissziós: Itt nagyon hegyes volfrám tűt használnak, de ezt nem fűtik, hanem erős elektrosztatikus tér segítségével húzzák ki az elektronokat a forrásból.

- Termikusan segített téremissziós (Shottky-forrás): Ennek az izzókatódos és téremissziós forrásokkal szemben számos előnye van, mint például a kisebb vákuum érzékenység, a nyaláb áram nagyobb stabilitása és a nagy ($> 100 \text{ nA}$) elektronáram elérése, mely nagyobb felbontást biztosít.

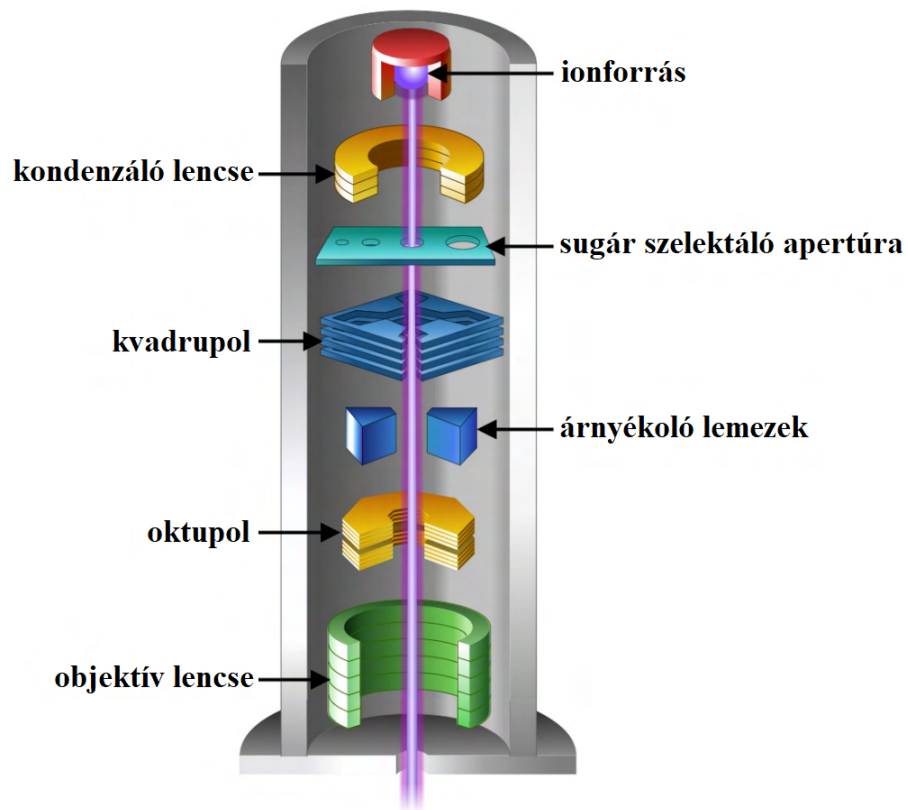
Az elektronágyúból kilépő elektronnyalábot mágneses lencsékkel fókuszálják, a Lorentz-erő alapján az elektronok bespirálozódnak egy helyre. A pásztászó tekercsen keresztül haladva az elektronok eléri a minta felszínét. Amikor a mintát az elektronnyaláb eléri, vastag minta esetén négyféle terméket detektálhatunk a minta nyaláb felőli oldalán.

- **Szekunder elektronok:** Ezek olyan elektronok, amelyeket a nyaláb elektronjai ütöttek ki a minta atomjainak külső elektronhéjairól. Belőlük topografikus képet kapunk a mintáról. Ez arra vezethető vissza, hogy attól függően, hogy az adott felületdarab, amit a nyaláb ér, milyen szögben áll a nyalábhoz képest, változik a szekunder elektronok hozama.
- **Visszaszórt elektronok:** Amikor a nyaláb eléri a mintát, néhány elektron nem üt ki másokat a mintából, hanem rugalmasan vagy rugalmatlanul, nagy szögben visszaszóródik. Ezeket az elektronokat nevezzük visszaszórt elektronoknak. Ezek szintén felhasználhatók képalkotásra, mivel attól függően, hogy hány elektront tartalmaz az atom amin szóródtak (=atom rendszáma: Z), más a visszaszórt elektronok hozama. Ebből adódóan a visszaszórt elektronokkal úgynevezett Z -kontrasztos képet kapunk, tehát ezzel a képalkotással például kiválásokat figyelhetünk meg.
- **karakterisztikus röntgensugárzás:** Az elektronok az atommag körül meghatározott energiaszintű pályákon mozognak. Amikor a nyaláb kilök egy elektront a helyéről, akkor külsőbb, magasabb energiaszintű héjon lévő elektron betölti az alacsonyabb energiájú pályán keletkezett helyet, az energiaszintek közötti energia különbség pedig elektromágneses sugárzás formájában kisugárzódik. Ezt a sugárzást nevezzük karakterisztikus röntgensugárzásnak. A röntgen fotonok detektálásával a minta anyagi összetételét tudjuk vizsgálni.
- **Auger-elektron:** Megtörténhet, hogy amikor egy kilépő elektron helyét betölti egy magasabb energiaszinten lévő elektron az általa leadott energia átadódhat egy magasabb energia nívón elhelyezkedő elektronnak, amely elegendően nagy energia átadásának következtében elhagyja az atomot. Ezt a jelenséget Auger-jelenségnek, a kilépő elektront pedig Auger-electronnak nevezzük. Az Auger-elektronok elsősorban a minta felületvizsgálatára használhatók, de végezhető velük Auger-elektron spektroszkópia is, mely a minta kémiai összetételének vizsgálatára alkalmas.

4.4. Fókuszált ionnyaláb (FIB)

4.4.1. Berendezés

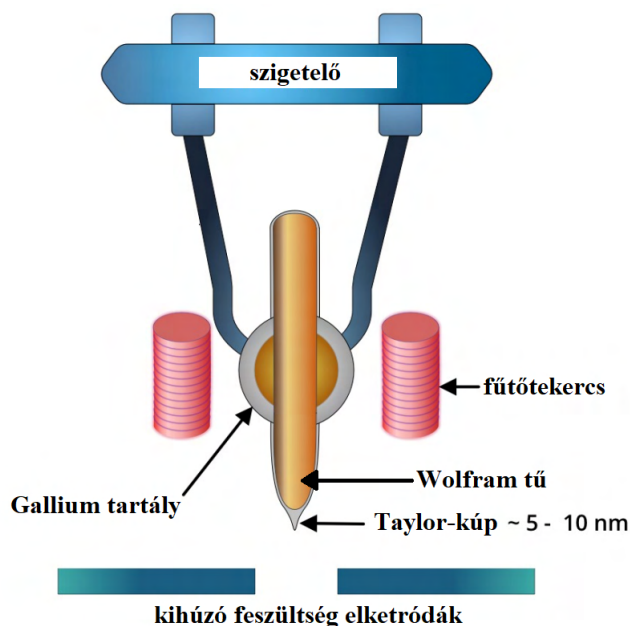
A minta felületi megmunkálásához fókuszált Ga-ionsugarat használtunk, mely a 4.3 leírt SEM műszer egyik tartozéka. A FIB felépítésének vázlata a 10. ábrán látható.



10. ábra. A FIB felépítése [21].

A FIB felépítése nagyon hasonló a SEM felépítéséhez. Az ionforrás hozza létre az ionsugarat, melyet az elektrosztatikus lencsék formálnak, irányítanak. A sugár-szelektív apertúra szabályozza a sugár vastagságát, a további alkotóelemek pedig a nem kívánatos nyaláb részeket küszöbölik ki, ezzel elősegítve a nyaláb térbeli pontosságát.

4.4.2. Forrás



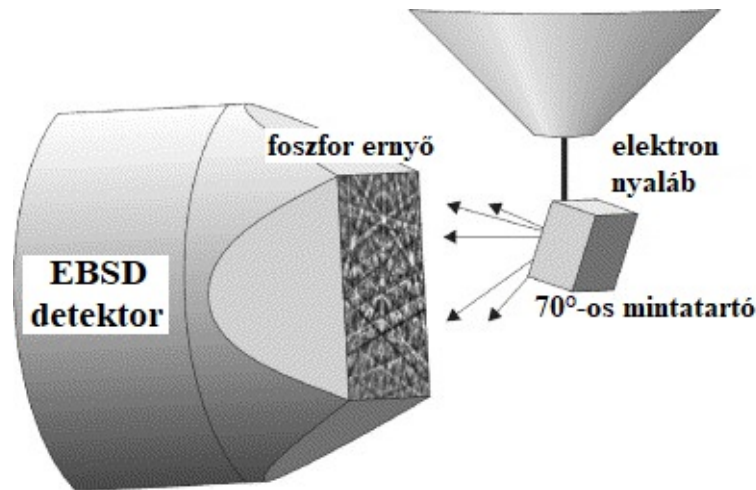
11. ábra. A Ga-ion forrás felépítése [21].

Méréseink során Ga-ion FIB-et használtunk, melynek forrása Ga-ion forrás (11. ábra). Ennek részei a kihúzó feszültség elektródák, egy volfrám tű, a fűtőtekercsek, és a Ga tartály. A besugárzás megkezdése előtt a forrásban található galliumot felmelegítjük a fűtőtekercsek segítségével a Ga $29,8^\circ$ -os olvadáspontja fölé. A megolvadt Ga a tű $2,5\ \mu\text{m}$ sugarú hegye felé folyva megnedvesíti azt. A kihúzó feszültség hatására a fémfolyadékban lévő ionok oda áramlanak ahol az elektromos tér a legerősebb, és amikor az elektromos erők megegyeznek a folyadék felületi feszültségével létrejön az úgynevezett Taylor-kúp, melynek sugara $2\text{-}5\ \text{nm}$. Mikor a térerősség ezt a küszöbértéket meghaladja, az ionok leválnak a folyadékról és megindul az ionáram.

A galliumon kívül más fémek is használhatók porlasztásra, de ezekhez képest a Ga számos előnnyel rendelkezik. Alacsony olvadáspontja miatt gyorsan használható hőmérsékletre hevíthető, és minimális a kölcsönhatása a W-tűvel. Elegendően nehéz ahhoz, hogy anyagok széles körének porlasztását megfelelő hatékonysággal végezhessük vele. Jelentős túlhűlése miatt szobahőmérsékleten hosszú ideig folyékony állapotban marad, ezzel is növelve a forrás élettartamát.

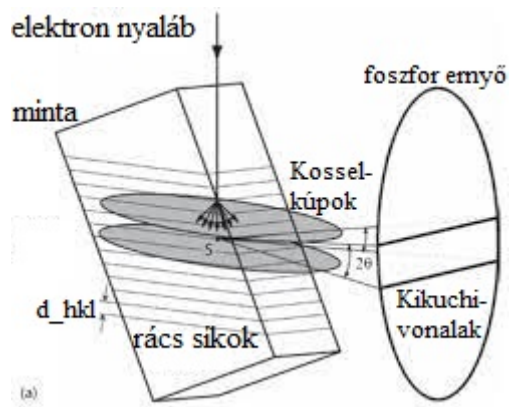
4.5. Viasszaszórt elektron detektor (EBSD)

Az EBSD mérést a BME Gépészmérnöki Kar Anyagtudomány és Technológia Tanszékén végeztük. A méréssel többek között az egyes kiválások struktúráit, orientációját, fázisát, textúráját, szemcseméretét, morfológiáját, hibáit és deformációit lehet vizsgálni. A mérési elrendezést a 12. ábra illusztrálja.

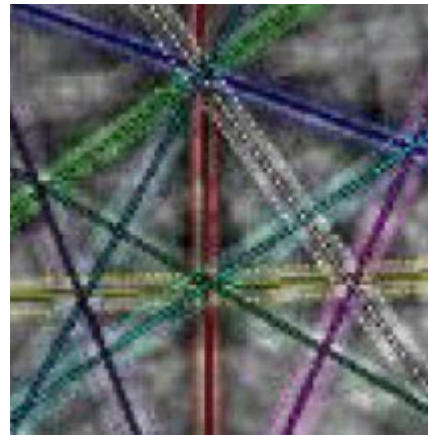


12. ábra. Az EBSD mérési elrendezés vázlata [22].

A mérés során a mintát úgy kell bedönteni, hogy az a vízszintessel 70° -os szöget zárjon be, így a mintára ráengedett elektronnyaláb 20° -os szögben éri a mintát. Az elektronok egy része viasszaszóródik, és ezek hozzák létre a viasszaszórt elektron képet, ezek hordozzák a struktúrális információt. Mikor az elektron nyaláb eléri a mintát az elektronok rugalmas ütközések sorozataként irányt változtatnak a kölcsönhatási térfogatban. Amikor a szóródott elektronok kielégítik a Bragg-diffrakció feltételeit $n\lambda = 2d \sin \Theta$, diffraktált elektronokat kapunk nyitott kúppár formájában minden kristálysíkból. Ezeket Kossel-kúpoknak nevezzük (13. ábra) és általában nagyon laposak. A detektorunk fénypernyővel van ellátva, mely lehetővé teszi, hogy az elektronokból kapott kúpokat detektáljuk. A detektort elég közel elhelyezve a mintához a Kossel-kúpok egymásra rakódnak, így Kikuchi-ábrát (14. ábra) hoznak létre. A Kikuchi-ábrák a röntgendiffrakciós vonalaknak megfeleltethetők, tehát ezek megillesztésével a kristályszerkezet és annak orientációja meghatározható.



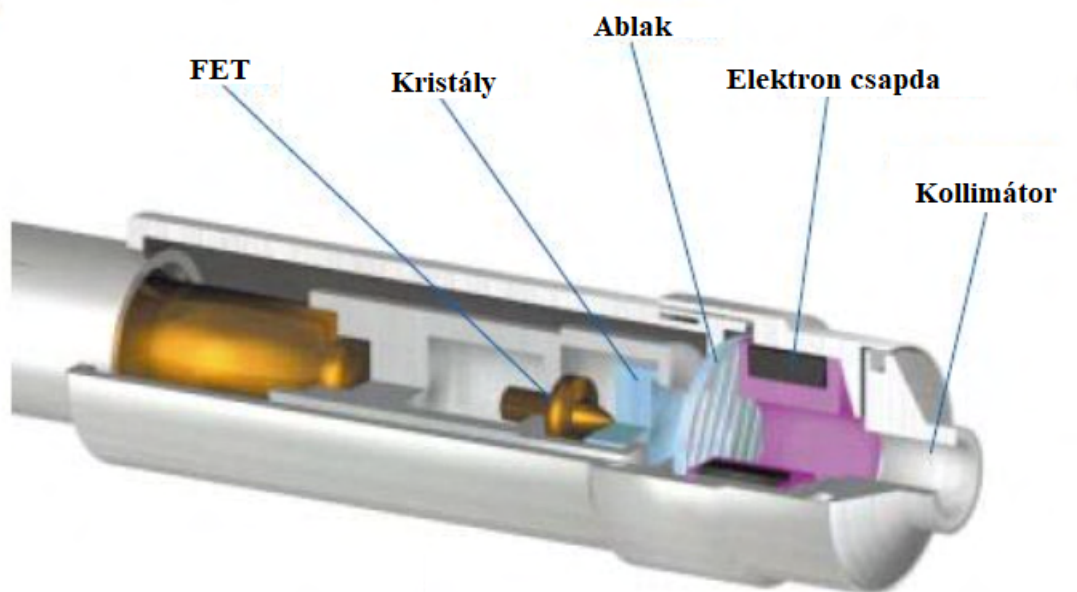
13. ábra. Kossel-kúpok [23].



14. ábra. Kikuchi-ábra [24].

4.6. Energiadisziperziós spektrométer (EDS)

Az EDS detektor a pásztázó elektronmikroszkópban található. A minta egyes fázisain belül az alkotó elemek atomarányát EDS detektor segítségével lehet meghatározni. Ennek működése az atomokra jellemző karakterisztikus röntgensugárzáson alapszik. A detektor vázlatja a 15. ábrán látható.



15. ábra. Az EDS detektor felépítése [25].

A detektor fejének kezdetén található kollimátor nyílás méretével megszűri a bejövő fotonok mennyiségét, ezzel érve el azt, hogy csak az elsődleges elektronnyaláb által keltett, a mintából kilépő röntgenfotonok legyenek figyelembe véve a mérés során. Az elektron csapda mágnesei a nagy energiájú visszaszórt elektronokat tartják távol a szcintillátortól, ezzel védve annak anyagát, illetve a jelfeldolgozó rendszert a túltöltődéstől. A szigetelő ablak elválasztja az eltérő nyomású és hőmérsékletű detektor és kamra térfogatát. A bejövő fotonok energiáját félvezető Si kristály segítségével konvertálja elektromos jellé a detektor. A bejövő röntgenfoton energiáját átadva a félvezetőben elektron-lyuk párokat hoz létre. A kristály két oldalára nagy feszültséget kapcsolva az elektronok a pozitív, a lyukak pedig a negatív elektróda felé áramlanak és ez hozza létre az elektromos jelet, melyet az impulzus feldolgozó elektronika és a sokcsatornás analízátor feldolgoz. Ezek mérik a beérkező fotonok energiáját és megszámlálják, hogy milyen energiájú röntgensugárzásból mennyi jutott a detektorba. A kapott adatokat a spektrumanalizáló program tárolja, energia-darabszám függvényként ábrázolja, azonosítja az elemeket és azok arányait a vizsgált területen.

5. Kísérleti eredmények és értelmezésük

5.1. A minta előkészítése

5.1.1. Körülmények

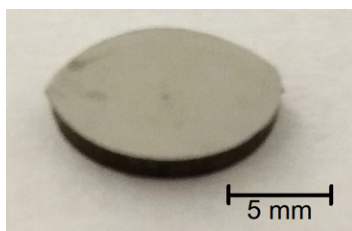
A vizsgált mintánk nagy tisztaságú (99,99 %) Cr, Fe, Co, Ni és Ga fémek azonos arányú keverékéből, nagy precízióval lett előállítva a Wigner Fizikai Kutatóközpontban.

Az ötvözetet inert atmoszférában indukciós olvasztással hideg réz formában hozták létre.

Az olvasztást követően a mintát lecsiszolták, hogy minél simább felület jöjjön létre, majd mechanikai polírozást végeztek rajta gyémánt szuszpenziókkal, melyek szemcseméretei $9\text{ }\mu\text{m}$, $6\text{ }\mu\text{m}$, illetve $1\text{ }\mu\text{m}$ voltak. A polírozást koloid szilícium-dioxid polírozó szuszpenzióval fejezték be. A hőkezelés csőkemencében történt Ar gázos (99,95%-os tisztaságú) védelem mellett. A fémeket 10 K/perc sebességgel 1150 K -re hevítették, mely hőmérsékleten 1 órá n át hőkezelték, majd lassan a kemencével együtt hűtötték őket. Az ionos besugárzást megelőzően kis maradék beszáradás tartalmú propanolban 10 perc ultrahangos tisztítást végeztünk a mintán. A létrejött minta paramétereit a 2. táblázat tartalmazza, a róla készült kép pedig a 16. ábrán látható.

nagy tengely [mm]	kis tengely [mm]	magasság [mm]	tömeg [g]
11,2	8	3,5	1,5

2. táblázat. A minta paramétereit.

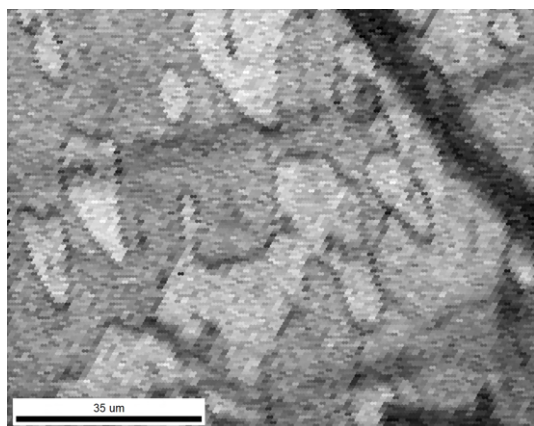


16. ábra. A besugárzott HEA minta.

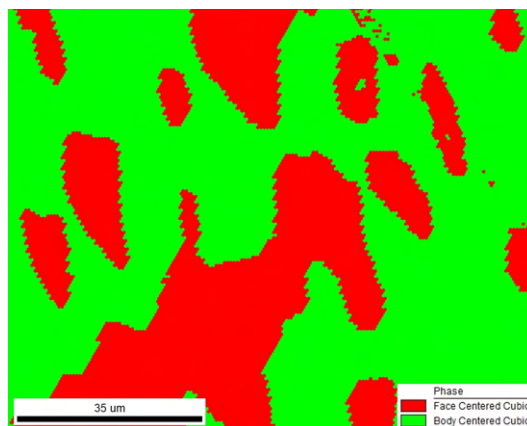
5.1.2. Fázisvizsgálat

A felülettisztítást követően a mintát pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk, mely vizsgálat során kiválásokat figyeltünk meg a minta felületén. Megállapítottuk, hogy az ötvözet két fázisból áll. Az egyes fázisok rács típusait EBSD segítségével határoztuk meg. Ez alapján a 17. ábrán látható világosszürke színű fázis FCC, a sötétszürke színű fázis pedig BCC rács típusúval rendelkezik. (17., 18. ábrák). Az FCC és BCC fázisok orientációját a 19. és a 20. ábrák mutatják.

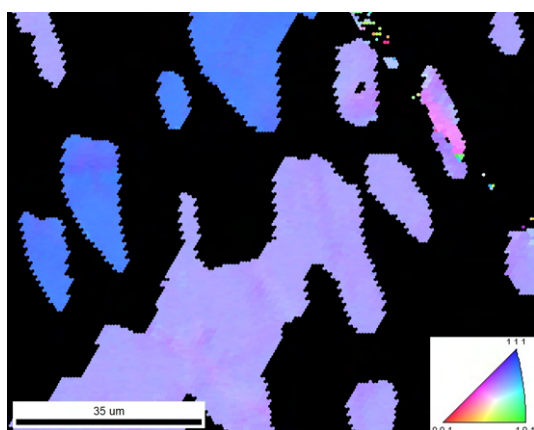
Az IQ (= Image Quality) a diffrakciós mintázat minőségét jellemzi, mely azon alapul, hogy mennyire jól észrevehetőek a Kikuchi sávok a diffrakciós ábrán.



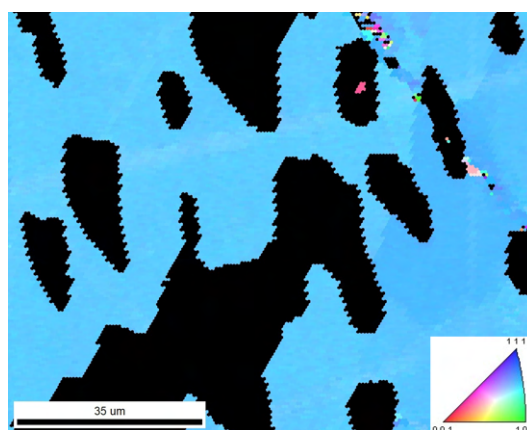
17. ábra. Kezeletlen terület IQ képe.



18. ábra. A BCC és FCC fázisok azonosítása.



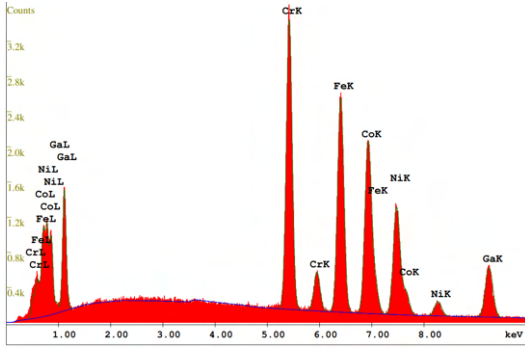
19. ábra. A kezeletlen terület FCC fázisának orientációs térképe.



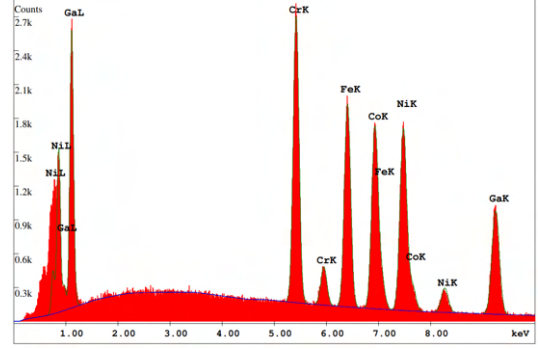
20. ábra. A kezeletlen terület BCC fázisának orientációs térképe.

5.1.3. Anyagösszetétel

A fázisok anyagösszetételét energiadiszperzív spektrométer segítségével határoztuk meg. Ennek spektrumai láthatók a 23. ábrákon. A piros oszlopok az FCC fázison, a fekete görbe pedig a BCC fázison mért értékeket mutatja. A spektrumokból leolvasható, hogy mintánk valóban az említett 5 fémből áll, de az egyes fázisokban ezek aránya már nem egyenlő. A fázisokra jellemző atomarányok a 3. táblázatban olvashatók. Itt is látható, hogy az atomarányok az egyes fázisokban eltolódtak az eredeti azonos arányhoz képest. Az FCC fázis Cr-ban, Fe-ban és Co-ban, még a BCC fázis Ni-ben és Ga-ban dúsult.



21. ábra. Az FCC fázis EDS spektruma.



22. ábra. Az BCC fázis EDS spektruma.

23. ábra. A két fázis EDS spektrumai.

elem	atomarány eredeti[%]	atomarány FCC fázis[%]	atomarány BCC fázis[%]
Cr	20,00	22,08	17,44
Fe	20,00	23,83	17,38
Co	20,00	22,23	18,42
Ni	20,00	17,24	22,64
Ga	20,00	14,61	24,12

3. táblázat. A kezdeti és a két fázis atomarányai.

5.2. Ionos besugárzás

Az ultrahangos és alkoholos felülettisztítás után a mintát kétoldali szén vezető ragasztószalaggal gombára erősítettük, amit a mintatartóra rögzítve tettünk az elektronmikroszkóp kamrájába.

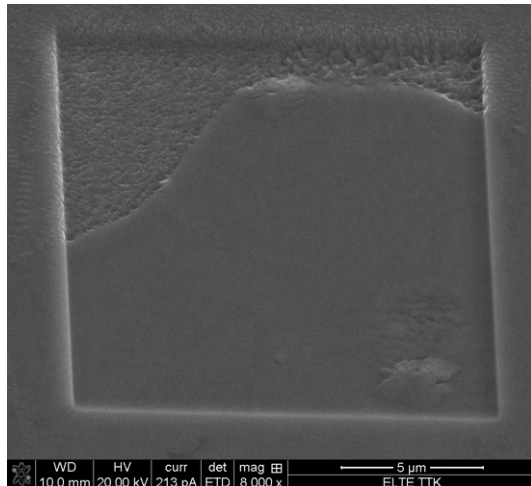
A mintán olyan felületrészt kerestünk, mely szennyeződésektől és karcoktól mentes, így alkalmas a felületi megmunkálás vizsgálatára. Miután találtunk a kritériumoknak megfelelő helyet, megkezdjük a besugárzást, melynek paramétereit a 4. táblázatban foglaltam össze.

terület jele	$E_{\text{ion}}[\text{keV}]$	$I_{\text{ion}}[\text{nA}]$	beesési szög $[\circ]$	$A [\mu\text{m}^2]$	$t [\text{s}]$	$D [\frac{\text{ion}}{\text{cm}^2}]$
m02	30	3	45	225	60	$5 \cdot 10^{17}$
m03	30	3	50	225	60	$5 \cdot 10^{17}$
m04	30	3	55	225	60	$5 \cdot 10^{17}$
m05	30	3	60	225	60	$5 \cdot 10^{17}$
m06	30	3	65	225	60	$5 \cdot 10^{17}$

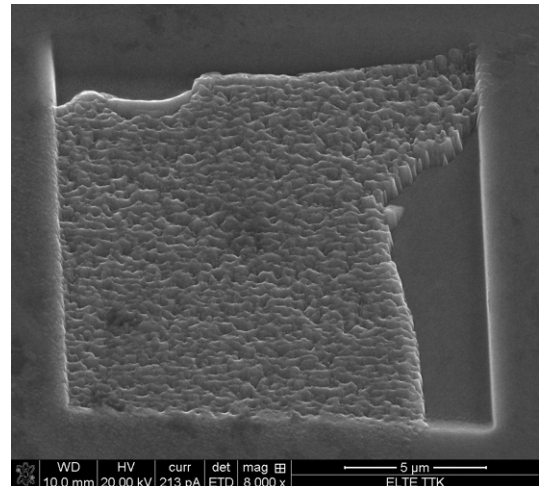
4. táblázat. Az ionos besugárzás paramétereit.

A fókuszált ionnyaláb az elektronnyalábbal 52° -os szöget zár be, tehát a minta bedöntésének nagyságát ennek megfelelően határoztuk meg minden terület esetében.

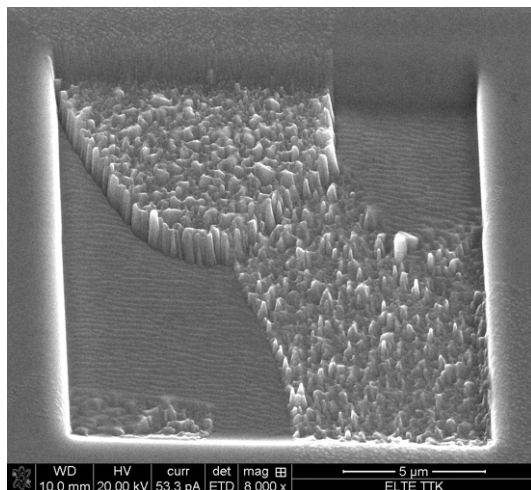
A mintán öt darab felületi besugárzást végeztünk 45° , 50° , 55° , 60° és 65° -os beesési szögekkel. A mintát ezután visszadöntöttük az elektronnyalábra merőleges állásba a besugárzott területek megtekintéséhez. Az ezekről szekunder elektron detektorral (ETD=Everhart-Thornley detector), 8000-szeres nagyításnál készült képek a 24.-28. ábrák.



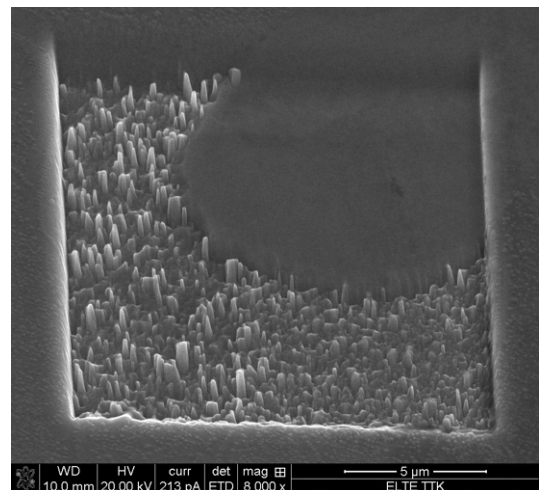
24. ábra. A 45° -ban besugárzott terület áttekintő SEM képe.



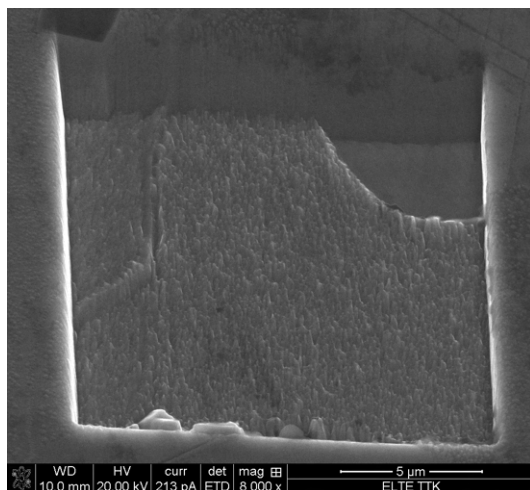
25. ábra. Az 50° -ban besugárzott terület áttekintő SEM képe.



26. ábra. Az 55° -ban besugárzott terület áttekintő SEM képe.



27. ábra. A 60° -ban besugárzott terület áttekintő SEM képe.



28. ábra. A 65°-ban besugárzott terület áttekintő SEM képe.

29. ábra. A besugárzott területek SEM-mel készített képei.

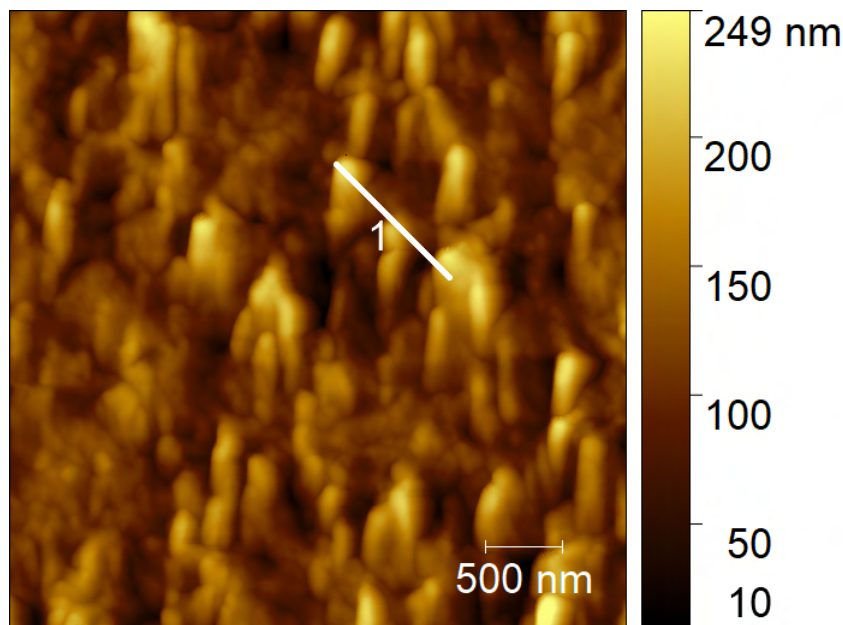
A SEM képeken megfigyelhető, hogy a kezelt területek különböző részein másképpen porlódott a minta. A két fő kialakult felületi mintázat az oszlopos és a sima morfológia volt, melyek elhelyezkedése egybeesett az egyes fázisokéival, az FCC fázisokban mindig a sima, a BCC fázisokban pedig mindig az oszlopos mintázat jelent meg. Emellett feltűnő a két fázis közötti eltérő porlódási mélység is. A 45° és 60°-os besugárzások esetén a BCC fázis, még az 50°, 55° és 65°-ban besugárzott területeken az FCC fázis porlódott mélyebben. Nem kizárólag a különböző fázisok között látható porlódásbeli eltérés, hanem az egyes BCC fázisok között is, ami legfőképpen a 55°-ban besugárzott terület két BCC fázisán figyelhető meg. A terület további érdekessége, hogy az FCC fázisain szabályos felületi hullámosság jelenik meg. Másik érdekes terület a 65°-ban besugárzott, melynek BCC fázisát egy szemcsehatár bontja két részre.

A megfigyelések alapján a porlódás mértéke nem csak a 3.1 bekezdésben említett paraméterektől függ, hanem a fázisok rács típusától és orientációjától is.

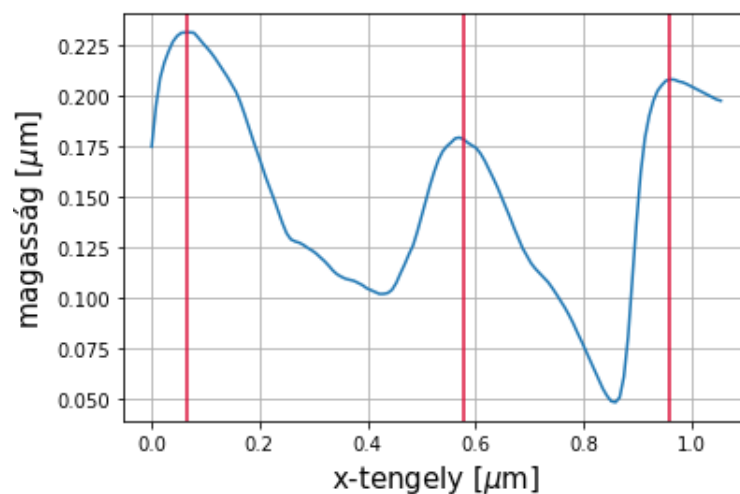
5.3. Besugárzott terület morfológiai vizsgálata

A mintát AFM segítségével vizsgáltuk tovább, hogy még több információt kapjunk az egyes fázisokról. Az FCC fázisokon az RMS értéket és a hullámhosszt, a BCC fázisokon a kisebb és nagyobb oszlopok magasságát és távolságát határoztam meg a Gwyddion program segítségével. A képeken először a Gwyddionnal szükséges alapvető módosításokat végzem el, melyeket a 4.2 fejezetben részleteztem. Az oszlopok távolságának mérését vonalprofil segítségével tettem meg. Ebben a funkcióban vonal

húzható azokra az objektumokra, melyek távolságát mérjük (30. ábra). A kijelölt vonalon vonalprofil készül (31. ábra). A profilon kiválasztható a csúcsok helye, melynek x-koordinátáját megadja a program. Egymás melletti több csúcsot megjelölve a program azok x-tengelyen vett távolságát is megadja, innen kaptam az oszlopok távolságait. A hullámhossz mérését ugyanilyen módon tettem, ahol a két csúcs távolsága a hullámhossz nagyságát jelenti. Minden távolság és hullámhossz mérés esetén 10-15 darab, egyenként legalább 2-3 csúcsot tartalmazó vonalprofilt készítettem a fázis teljes területén egyenletesen elszórtan, és az így kapott adatok átlagából kaptam az 5., és a 6. táblázatokban látható értékeket.

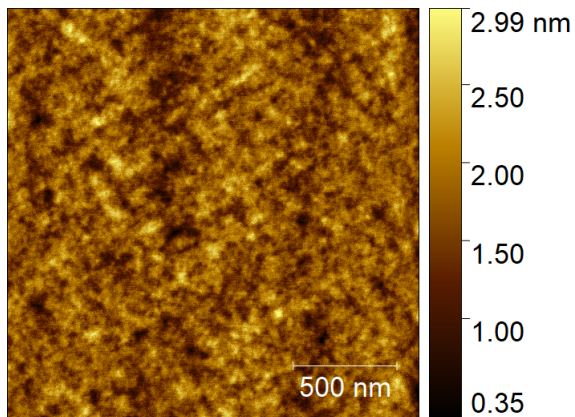


30. ábra. Vonalprofil mérése az 55°-os terület alsó BCC fázisán.

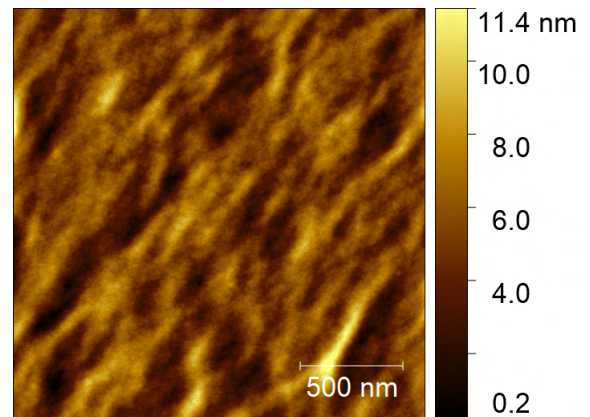


31. ábra. A kirajzolt vonalprofil a csúcsok megjelölésével.

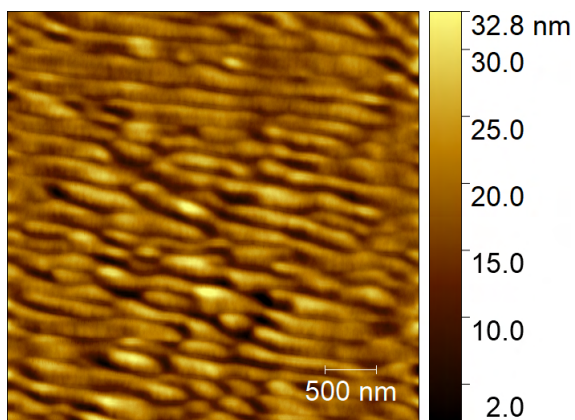
A besugárzott FCC fázisok morfológiáját a 32-36. ábrákon láthatjuk a BCC fázisokéit a 37.-43. ábrákon.



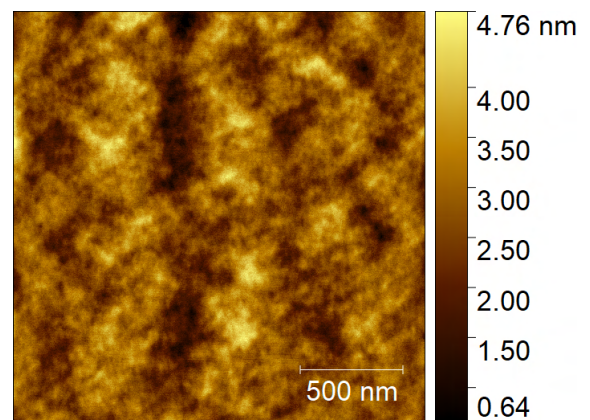
32. ábra. A 45°-os terület FCC fázisáról készült AFM kép.



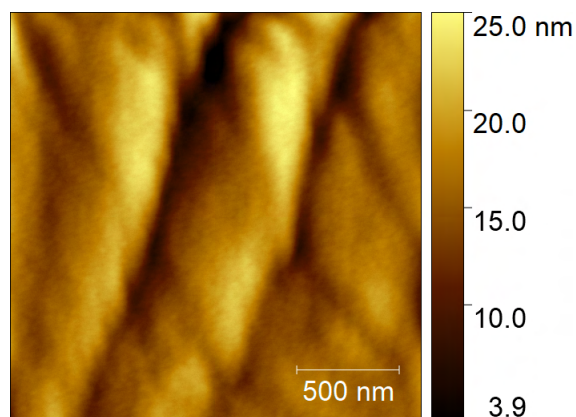
33. ábra. Az 50°-os terület FCC fázisáról készült AFM kép.



34. ábra. Az 55°-os terület FCC fázisáról készült AFM kép.



35. ábra. A 60°-os terület FCC fázisáról készült AFM kép.

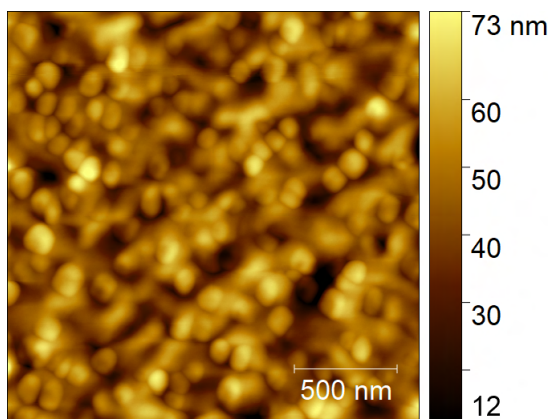


36. ábra. A 65°-os terület FCC fázisáról készült AFM kép.

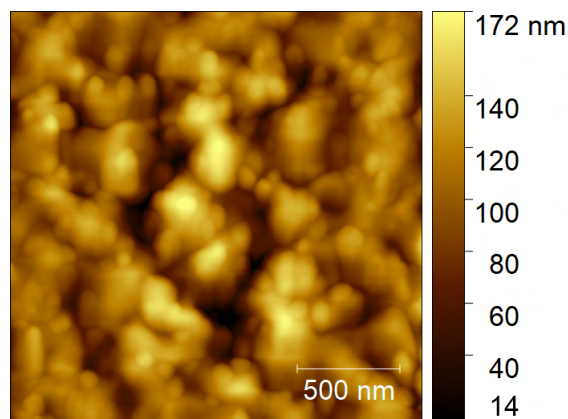
tulajdonság	45°	50°	55°	60°	65°
RMS [nm]	0,35±0,04	1,60±0,33	4,34 ± 0,99	0,56±0,12	3,71 ± 1,04
hullámhossz [nm]	-	-	207	-	-

5. táblázat. Az FCC fázisok felületi durvaság és hullámhossz értékei.

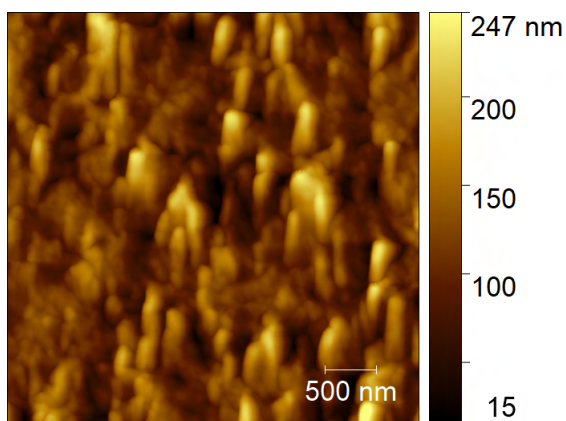
Az FCC fázisok mindegyikén megfigyelhető enyhe felületi periodikusság azonban szabályos felületi hullámosság csak az 55°-os területen jelenik meg, melynek hullámfrontja párhuzamos a besugárzás irányával. A hullámvektor iránya, illetve a Bradley - Harper modell alapján nem sugároztuk be akkora beesési szöggel a mintát, hogy a hullámfront merőlegesen elforduljon a sugárirányhoz képest. Az itt mért hullámhossz 207 nm-nek adódott.



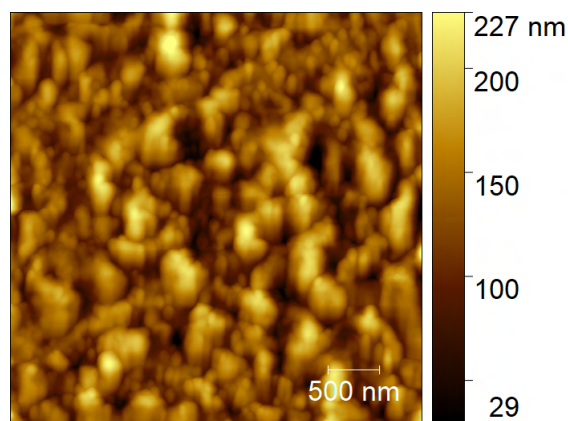
37. ábra. A 45°-os terület BCC fázisáról készült AFM kép.



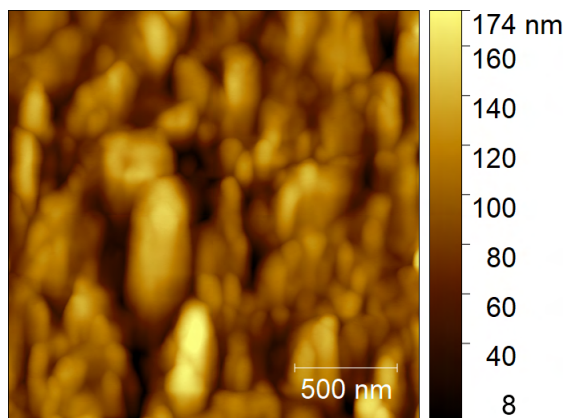
38. ábra. Az 50°-os terület BCC fázisáról készült AFM kép.



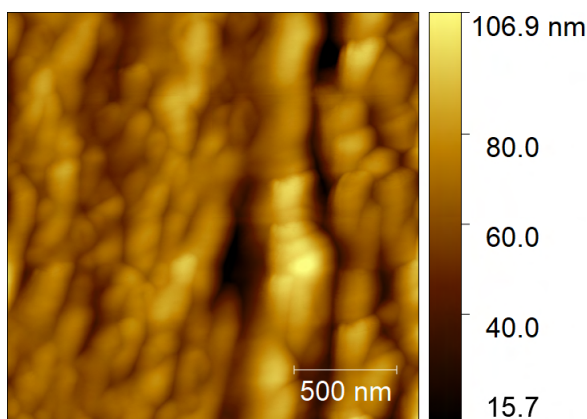
39. ábra. Az 55°-os terület alsó BCC fázisáról készült AFM kép.



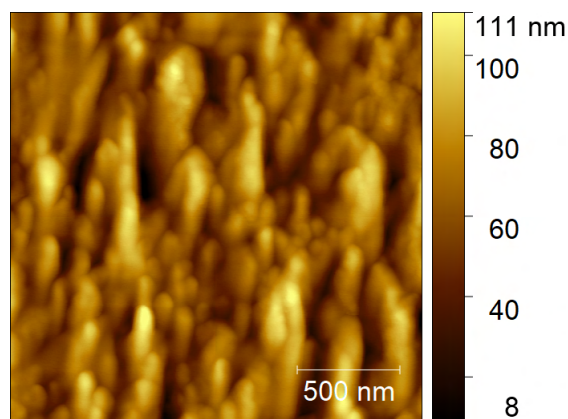
40. ábra. Az 55°-os terület felső BCC fázisáról készült AFM kép.



41. ábra. A 60°-os terület BCC fázisáról készült AFM kép.



42. ábra. A 65°-os terület bal oldali BCC fázisáról készült AFM kép.



43. ábra. A 65°-os terület középső BCC fázisáról készült AFM kép.

tulajdonság	45°	50°	55° felső	55° alsó	60°	65° középső	65° bal
kis oszlopok magassága [nm]	50,80	117,40	153,45	127,34	60,37	68,20	63,54
nagy oszlopok magassága [nm]	63,29	148,32	187,28	184,36	78,12	94,16	84,19
kis oszlopok távolságasa [nm]	116,43	136,26	124,48	253,35	122,59	143,67	179,13
nagy oszlopok távolságasa [nm]	205,83	282,94	582,63	524,35	363,67	431,94	477,32

6. táblázat. A BCC fázisok kisebb és nagyobb oszlopinak távolsága és az oszlopok magassága.

A BCC fázisokban továbbra is a SEM képen is látott oszlopos morfológiát láttuk. A 45° és 50°-os besugárzáshoz tartozó területeken az oszlopok még csak kezdetleges formájukban, nanokockákként jelennek meg, a nagyobb szögű besugárzások esetén viszont már jól kivehető az oszlopos struktúra. A kialakult oszlopok iránya párhuzamos a beeső ionnyalábbal. Mindezek egybeesnek az elmélet alapján várt eredménnyel. A

kisebbségi beesési szögeknél nanokockákat farag csak ki az ionnyaláb, viszont a nagyobb porlódást kiváltó nagyobb szögű beeséseknél egyre mélyebben és szélesebben porlódik a nanokockák közötti terület, így távolabb elhelyezkedő, vékonyabb oszlopok jönnek létre. Az 55°-os terület eltérően porlódó BCC fázisainak porlódásbeli különbsége az AFM képeken is jól elkülöníthető struktúrákat mutat. A nagyobb mértékben porlódó alsó fázis alacsonyabb, keskenyebb oszlopokból áll, még a kevésbé porlódó felső fázis magasabb, szélesebb oszlopokból.

A 65°-os terület két BCC fázisának porlódásában szintén látható különbség, a középső fázisban enyhén magasabb, szélesebb oszlopokat kaptunk, mint a bal oldali fázisban. A különbség azonban nem olyan számottevő, mint az 55°-os terület esetén.

5.4. Porlasztási hozamok meghatározása

5.4.1. Porlasztási hozam kiszámítása

A felületi objektumok megfigyelése és kiértékelése után meghatároztam az eltérő fázisok területére jellemző porlasztási hozamokat.

Mivel az FCC és BCC fázisok atomarányai eltérőek, így a porlasztási hozamokat az egyes összetételek esetén a nekik megfelelő átlagos moláris tömeg és sűrűség értékek felhasználásával számítottam.

Mindegyik fázis esetében:

- Az Avogadro-állandó értéke: $N_a = 6,022 \cdot 10^{23}$ db
- Az iondózis értéke: $D = 5 \cdot 10^9 \frac{\text{ion}}{\mu\text{m}^2}$
- Az egyes elemek a 7. táblázatban összefoglalt sűrűsége és moláris tömege.

elem	ρ	$\left[\frac{\text{g}}{\mu\text{m}^3} \right]$	M [g]
Cr	$7,15 \cdot 10^{-12}$		52,00
Fe	$7,87 \cdot 10^{-12}$		55,85
Co	$8,90 \cdot 10^{-12}$		58,93
Ni	$8,91 \cdot 10^{-12}$		58,69
Ga	$5,91 \cdot 10^{-12}$		69,72

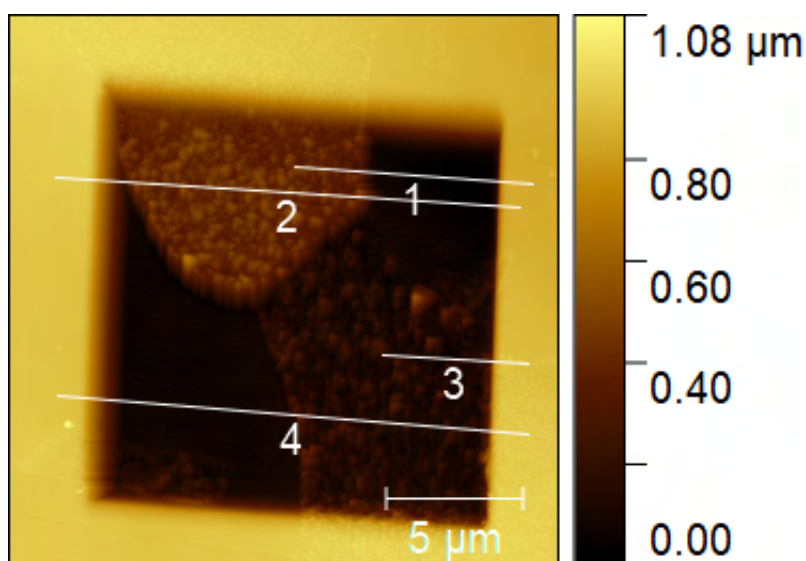
7. táblázat. A HEA alkotó elemeinek sűrűség és moláris tömeg adatai.

Az FCC és BCC fázisokra jellemző atomarányok esetén igaz átlagsűrűség és az átlagos moláris tömeg a 8. táblázatban láthatók.

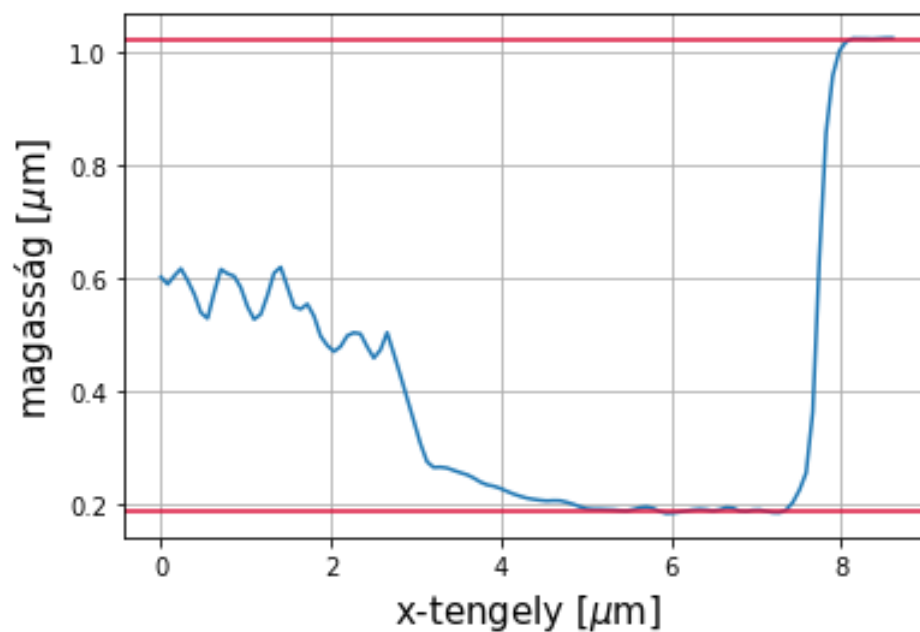
	FCC	BCC
$\rho_{\text{átlag}} [\frac{\text{g}}{\mu\text{m}^3}]$	$7,83 \cdot 10^{-12}$	$7,7 \cdot 10^{-12}$
$M_{\text{átlag}} [\text{g}]$	58,19	59,73

8. táblázat. Az FCC és BCC fázisok átlagsűrűség és átlagos moláris tömeg értékei.

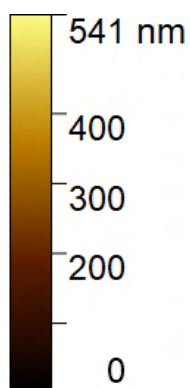
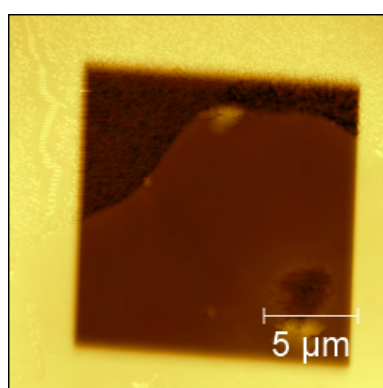
A fentemlített értékek felhasználásával a 3.2 fejezetben részletezett módon számítottam ki a porlasztási hozamokat, melyeket a 9. táblázatban foglaltam össze. A területek nagyságát a SEM képeken mértem meg, mélységüket pedig a ??-50. ábrákon látható áttekintő, AFM képeken. A betöltött képeken nem végeztem el a kezdeti módosításokat, helyette a Three point level funkcióval kiegyenlítettem a magasságértékeket a besugárzások körüli területen és így húztam meg a vonalprofilokat (44. ábra). A vonalprofilokon nem csak az x-tengely beli távolság mérhető, hanem a magasságkülönbségek is (45. ábra).



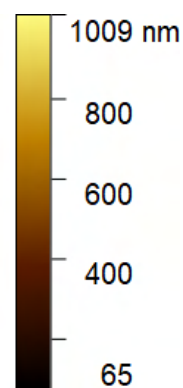
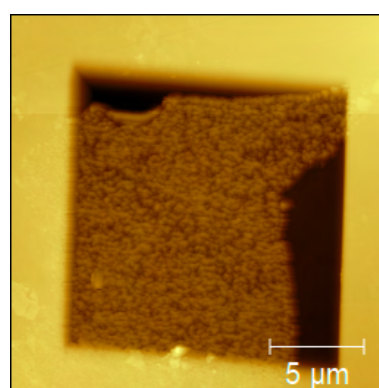
44. ábra. Az 55°-os terület áttekintő képének kiegyenlített AFM képe a porlódási mélységek meghatározásához használt vonalakkal.



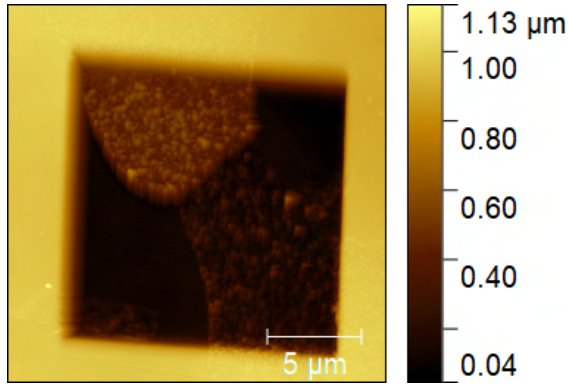
45. ábra. Magasságkülönbség kijelölése vonalprofil segítségével az 55°-os terület 1.vonalán.



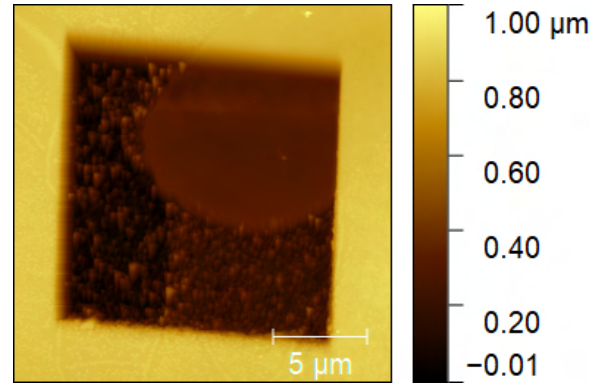
46. ábra. A 45°-os terület kiegyelítés után kapott áttekintő AFM képe.



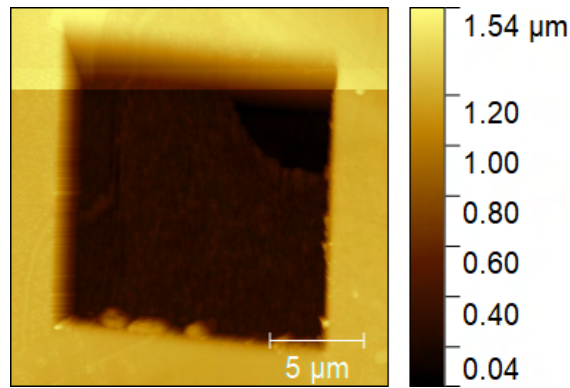
47. ábra. Az 50°-os terület kiegyelítés után kapott áttekintő AFM képe.



48. ábra. Az 55°-os terület kiegyenlítés után kapott áttekintő AFM képe.



49. ábra. A 60°-os terület kiegyenlítés után kapott áttekintő AFM képe.



50. ábra. A 65°-os terület kiegyenlítés után kapott áttekintő AFM képe.

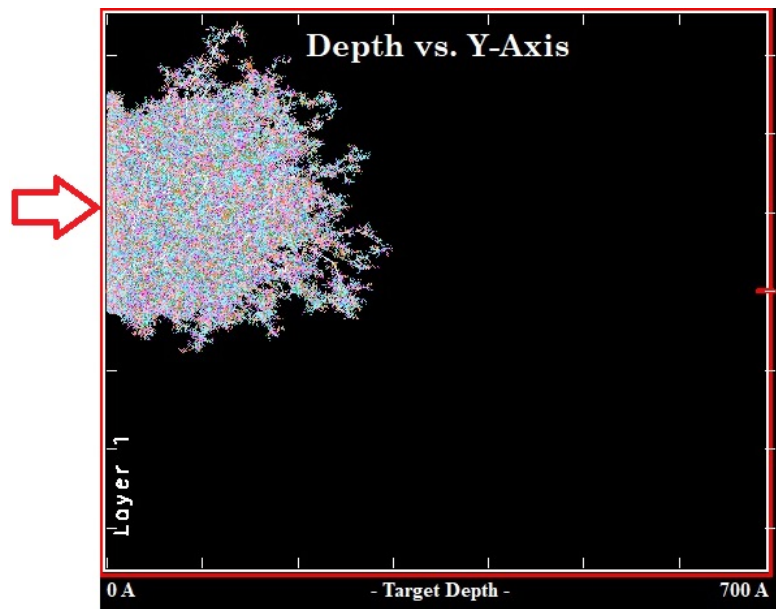
θ [°]	vizsgált terület	d [μm]	A [μm ²]	V [μm ³]	m [g]	Pa	Ia	Y
45	FCC	0,31	151,80	47,79	$3,74 \cdot 10^{-10}$	$3,87 \cdot 10^{12}$	$7,57 \cdot 10^{11}$	4,64
	BCC	0,38	10,03	3,81	$2,93 \cdot 10^{-11}$	$2,96 \cdot 10^{11}$	$5,51 \cdot 10^{10}$	5,36
50	FCC	0,64	35,05	22,29	$1,75 \cdot 10^{-10}$	$1,81 \cdot 10^{12}$	$1,93 \cdot 10^{11}$	9,37
	BCC	0,32	165,72	53,71	$4,13 \cdot 10^{-10}$	$4,17 \cdot 10^{12}$	$9,11 \cdot 10^{11}$	4,57
55	FCC	0,84	66,49	56,12	$4,40 \cdot 10^{-10}$	$4,55 \cdot 10^{12}$	$3,66 \cdot 10^{11}$	12,44
	BCC felső	0,42	42,25	17,89	$1,38 \cdot 10^{-10}$	$1,39 \cdot 10^{12}$	$2,32 \cdot 10^{11}$	5,97
	BCC alsó	0,73	75,72	55,25	$4,25 \cdot 10^{-10}$	$4,29 \cdot 10^{12}$	$4,16 \cdot 10^{11}$	10,30
60	FCC	0,55	77,97	43,19	$3,38 \cdot 10^{-10}$	$3,50 \cdot 10^{12}$	$4,29 \cdot 10^{11}$	8,16
	BCC	0,68	123,04	83,44	$6,42 \cdot 10^{-10}$	$6,47 \cdot 10^{12}$	$6,77 \cdot 10^{11}$	9,57
65	FCC	1,14	15,51	17,61	$1,38 \cdot 10^{-10}$	$1,43 \cdot 10^{12}$	$8,53 \cdot 10^{10}$	16,73
	BCC közép	0,95	139,55	132,01	$1,02 \cdot 10^{-9}$	$1,02 \cdot 10^{13}$	$7,68 \cdot 10^{11}$	13,35
	BCC bal	0,95	21,88	20,70	$1,59 \cdot 10^{-10}$	$1,14 \cdot 10^{12}$	$1,20 \cdot 10^{11}$	13,35

9. táblázat. Porlasztási hozam számításához szükséges adatok és a porlasztási hozam ezekből számított értékei, ahol θ a beesési szög, d a mélységet, A a területet, V a térfogatot, m a tömeget, Pa és Ia a porlasztott atomok illetve a bevitt ionok számát, Y pedig a porlasztási hozamot jelöli.

A kapott adatok alapján jól látható, hogy az ionnyaláb beesési szögét növelve a porlasztási hozam is nő. Ez egybefügg az elmélet alapján várt eredménnyel [13]. Megfigyelhető, hogy a képeken jól látható szemcsehatár ellenére a 55° -os terület középső és bal oldali BCC fázisai ugyanolyan mértékben porlódottak, így ezek feltehetően azonos vagy hasonló tulajdonságokkal rendelkeznek. Az 55° -os terület alsó BCC fázisa közel kétszer annyira porlódott, mint a felső fázis. Ennek magyarázatát az egyes szemcsehatárokon belüli területek orientációjában kerestem.

5.4.2. Porlasztási hozam meghatározása SRIM szimulációs programmal

A porlasztási hozamokat a SRIM nevű ion-anyag kölcsönhatást szimuláló program segítségével is meghatároztam. Ahhoz, hogy a program el tudja végezni a szimulációt, szükség van a következő adatokra. A minta rétegeinek száma, a mintát alkotó elemek, az atomok atomarányai, az atomok moláris tömege, az atomok sűrűsége, az atomok felületi- és a rácson belüli kötési energiájának nagysága, az atomok rácsbeli helyükről eltávolításához szükséges energia (displacement energy), az ionnyalábban használt elem, az ionenergia, az ionnyaláb beesési szöge. A szimulációk során a beesési szöget, illetve a különböző fázisok esetén az atomarányt változtattam. A mérés közben a szimulációval kapott ionok anyagbeli trajektóriáit mutatja az 51. ábra. A szimuláció eredményeit a 10. táblázatban foglaltam össze.



51. ábra. A szimulációból kapott ionok trajektóriája az anyagban.

fázis	elem	45°	50°	55°	60°	65°
FCC	Cr	2,94	3,76	4,15	5,43	5,82
	Fe	2,91	3,65	4,04	5,2	6,07
	Co	2,67	3,39	3,72	4,89	5,39
	Ni	2,12	2,6	2,9	3,6	4
	Ga	2,81	3,62	3,85	4,93	5,55
	Teljes	13,45	17,02	18,67	24,06	26,84
BCC	Cr	2,38	2,67	3,12	4,05	4,23
	Fe	2,27	2,47	2,94	3,65	3,92
	Co	2,39	2,64	3,03	3,87	4,2
	Ni	3,01	3,16	3,8	4,63	5,12
	Ga	4,57	5,41	6,28	7,65	8,16
	Teljes	14,62	16,36	19,16	23,86	25,64

10. táblázat. A porlasztási hozamok szimulációval meghatározott értékei.

Az eredményekből kiolvasható, hogy mindkét fázis esetén igaz, hogy a porlasztási hozamnak nem csak a teljes mennyisége nő a nyaláb beesési szögének növelésével, hanem az elemekre jellemző saját porlasztási hozamok is. Ezen kívül megfigyelhető, hogy a Ni-ben és Ga-ban dúsult BCC fázisban ezen elemek porlasztási hozama mindig nagyobb, mint a másik három elemé, a Cr-ban, Fe-ban és Co-ban dúsult FCC fázisban viszont a Ni és a Ga porlasztási hozama kisebb, mint a többi elemé.

5.4.3. Porlasztási hozamok összehasonlítása

A 11. táblázatban a kiszámított és a szimulációval meghatározott teljes porlasztási hozamokat összegeztem minden fázisra, minden mért beesési szög esetén. A számított értékek esetében az 55°-os terület BCC fázisainak közös porlasztási hozamát a két terület porlasztási hozamainak területtel súlyozott átlagának tekintettem.

	FCC					BCC				
beesési szög	45°	50°	55°	60°	65°	45°	50°	55°	60°	65°
számított	4,64	9,37	12,44	8,16	16,73	5,36	4,57	8,75	9,57	13,35
szimulált	13,45	17,02	18,67	24,06	26,84	14,62	16,36	19,16	23,86	25,64

11. táblázat. A porlasztási hozamok számított és mért értékeinek összehasonlítása az FCC és BCC fázisokra a 45°-65° beesési szögtartományon, 5°-os lépésközökkel növekvő besugárzások esetén.

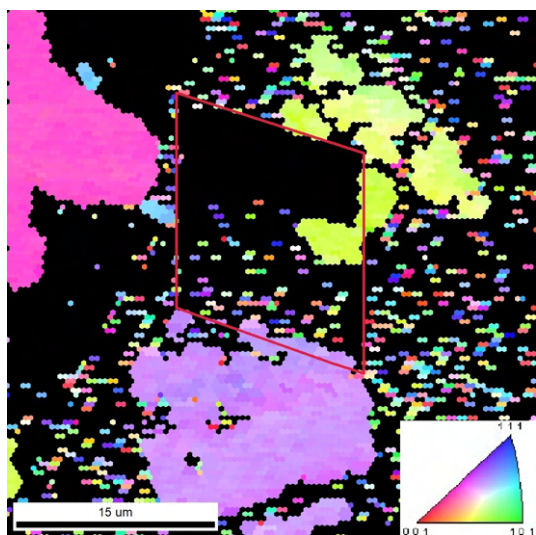
Az összehasonlításból látható, hogy mind a mért, mind a szimulált értékek emelkednek a beesési szög növelésével, azonban a kapott eredmények a két módszerben egy nagy-

ságrenddel eltérnek. Ennek oka, hogy a szimulációval nem adhatók vissza tökéletesen sem a minta paraméterei, sem pedig az ionok mozgása az anyagban. A nagy entrópiás ötvözet öt elemből áll, azonban az nem ismert, hogy ezek az elemek az elemi cellákon belül hogyan helyezkednek el és mennyire torzul a kristályrács a csak egyféle atomot tartalmazó szerkezethez képest. Ennek megfelelően a SRIM által alapul vett kötési és egyéb energiaértékek eltérhetnek a mintában jelenlévő valós értékektől.

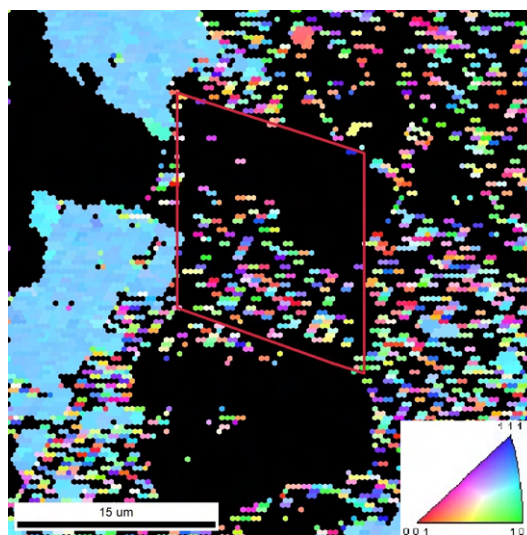
5.5. A besugárzott területek orientáció vizsgálata

A besugárzott területekről visszaszórtelektron-diffrakció segítségével orientációs térképeket készítettünk.

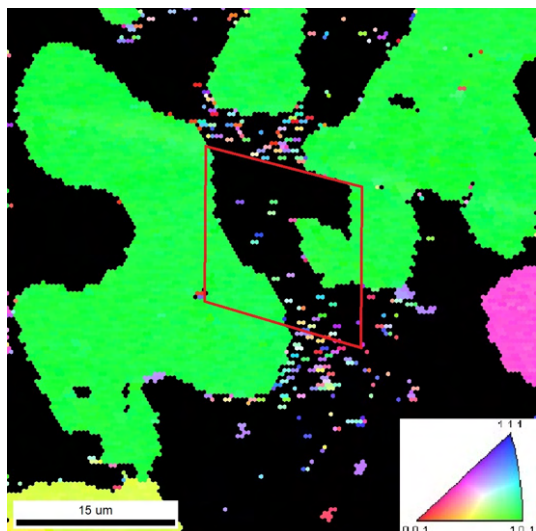
Az 55°-os és 65°-os területek orientációs térképei az 52.-55. ábrák, melyeken piros kerettel jelöltem a besugárzott területek helyét.



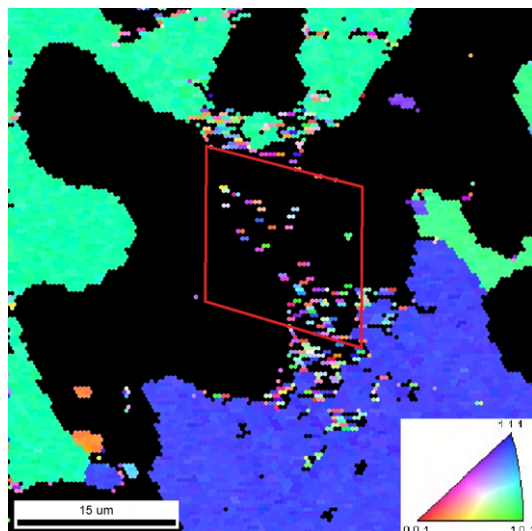
52. ábra. A 65°-os terület FCC fázisairól készített orientációs térkép.



53. ábra. A 65°-os terület BCC fázisairól készített orientációs térkép.



54. ábra. Az 55°-os terület FCC fázisa-
ról készített orientációs térkép.



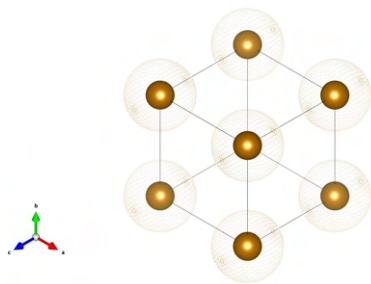
55. ábra. Az 55°-os terület BCC fázisa-
ról készített orientációs térkép.

A 65°-os terület szemcsehatárral elkülönült BCC fázisainak orientációja az orientációs térkép alapján azonos, amely eredmény egyezik a két BCC fázisra számított azonos porlasztási hozamokkal is.

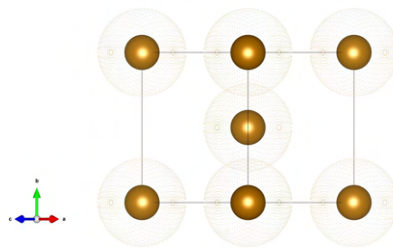
Az 55°-os terület orientációs térképe alapján, az FCC fázisok azonos orientációjúak.

Az 55°-os besugárzáshoz tartozó terület két BCC fázisainak eltérő orientációját is igazoltuk. A nagyobb mértékben porlódó alsó fázis (111), a kisebb mértékben porlódó felső fázis pedig (101) irányú BCC rács.

A porlódás orientáció függésének bizonyításán túl szeretnénk magyarázni is ennek okát. A dolgozatban feltüntetett orientációs térképek a mintára merőlegesen nézve készültek, még az ionnyaláb a normálissal 55°-os szöget bezárva érkezik. A BCC rács (111) és (101) irányaira merőlegesen nézve az atomok az 56. és az 57. ábráknak megfelelően helyezkednek el. Az ábrákat a Vesta szimulációs programmal készítettem. Mivel nem ismert, hogy a HEA-ban melyik elem hol helyezkedik el, így az öt elem tulajdonságainak átlagértékeihez legközelebb álló Fe atomokkal végeztem a szimulációt.

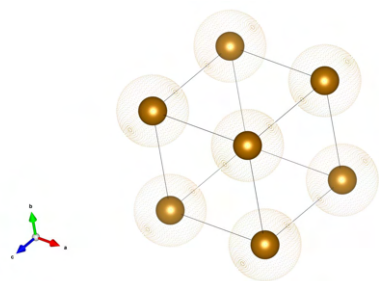


56. ábra. A BCC rács elemi cellája az (111) irányból nézve.

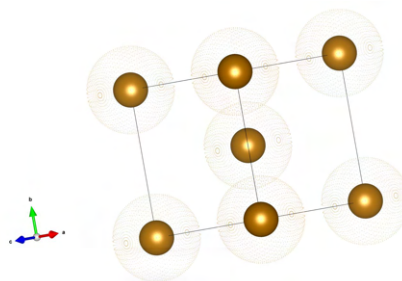


57. ábra. A BCC rács elemi cellája az (101) irányból nézve.

A rács orientációja változik a síkban történő elforgatás (58. ábra, 59. ábra) hatására, de ezt az IPF képen nem látjuk, így egy színhez végtelen sok elforgatott elemi cella tartozik.

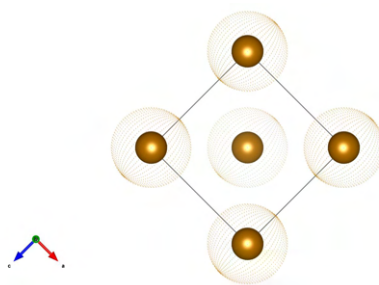


58. ábra. Az (111) irány 10° -os elforgatással.

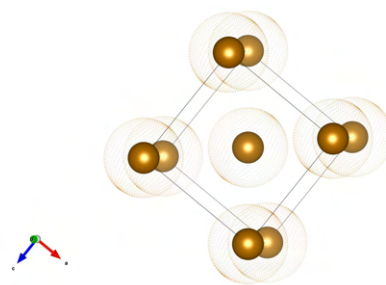


59. ábra. Az (101) irány 10° -os elforgatással.

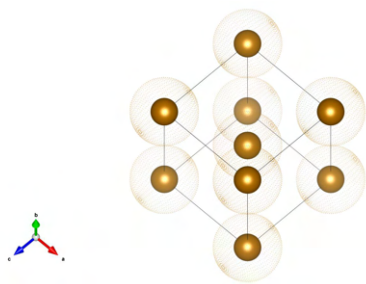
A síkbeli elforgatás azonban változtat az elemi cellák 55° -os bedöntésének képén, az atomok eltérő mértékben fedik egymást, más pakolási szorosságot látunk (60.-63. ábrák).



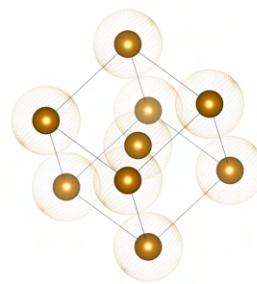
60. ábra. Az (111) irány 0° -os elforgatásának 55° -os döntése.



61. ábra. Az (111) irány 10° -os elforgatásának 55° -os döntése.



62. ábra. Az (101) irány 0°-os elforgatásának 55°-os döntése.



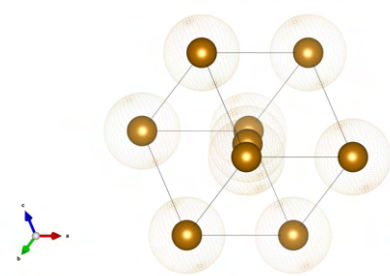
63. ábra. Az (101) irány 10°-os elforgatásának 55°-os döntése.

Az EBSD kiértékelő programja segítségével az egyes fázisokban meghatározhatók az orientációk pontos paraméterei, a (hkl) síkok és az [uvw] irányok, melyek a 12. táblázatban láthatók.

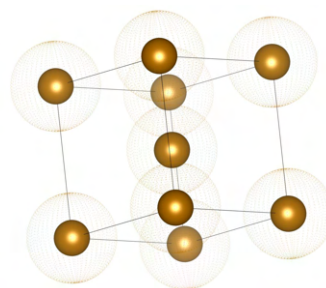
111	h	0	u	-7
	k	-3	v	-8
	l	4	w	-6
101	h	1	u	20
	k	-5	v	-21
	l	-25	w	5

12. táblázat. Az (111) és (101) orientációk pontos kezdeti koordinátái.

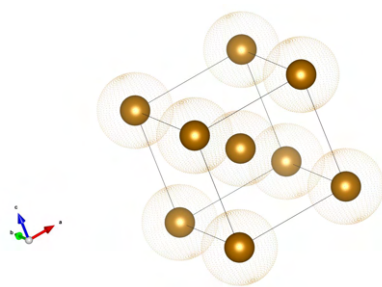
A pontos elforgatások irányának képei a 90°-os és 55°-os beesési szög irányából a 64.-67. ábrákon láthatók.



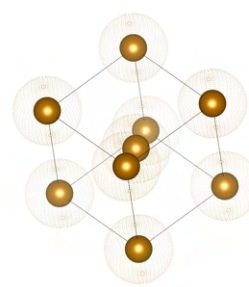
64. ábra. Az (111) irány megfelelően elforgatott képe.



65. ábra. Az (101) irány megfelelően elforgatott képe.



66. ábra. A pontosan elforgatott (111) irány 55°-os beesési szögből látható képe.



67. ábra. A pontosan elforgatott (101) irány 55°-os beesési szögből látható képe.

A 66. és 67. ábrákon feltüntetett eredmények alapján arra következtetünk, hogy a porlasztási hozam a következők miatt függ az orientációtól. Látható, hogy az erősebben porlódó (111) irányú rácsban az atomok kevésbe fedik egymást, tehát nagyobb mértékben lefedik a nyaláb irányára merőleges síkot, tehát amit a nyaláb a minta felszínéként érzékel. A 3.1 fejezetben ismertettem, hogy minél mélyebben hatol az ion a mintába, annál kisebb valószínűséggel porlaszt ki abból atomot, tehát minél több felületi atommal találkozik az ion, annál nagyobb a porlasztási hozam. Mivel az (101) irányban sokkal kisebb mértékben fedik le az atomok a felszínt, így nagyobb eséllyel érkezik a bejövő ion olyan területre, ahol nem ütközik atomba, így mélyebbre hatolva a mintában energiát veszít és kisebb valószínűséggel porlaszt el atomot. Ez alapján tehát érthető, hogy a felszínt jobban lefedő atomokat tartalmazó (111) irányú rács erősebben porlódott, mint az (101) irányú.

Az is ismert, hogy minél több ütközés történik, annál nagyobb a porlódás valószínűsége, és mivel a felszíni atomokat éri a legtöbb ion, ezért ebből a közelítésből is valószínűbb az (111) irányú rács nagyobb porlódása, hiszen ennek van több, az ion által érzékelt, felszíni atomja.

6. Összefoglalás

A kísérletek alapján a következőket állapítottuk meg. Az öt elem a hőkezelés nyomán két fázist hoz létre: egy szilárdoldatos FCC és egy nanokockás BCC fázist. A porlasztás során a BCC fázisban oszlopos felületi morfológia, még az FCC fázisban enyhe periodikus felületi morfológia jelent meg. Ez utóbbi alól kivételt képez az 55° -os besugárzás területe, melyen erőteljes, szabályos felületi hullámosság jelent meg.

A porlasztási hozamok szimulált és mért értékeiből megmutattuk, hogy a porlasztási hozam nő az ionnyaláb a minta normálisától mért beesési szögének növelésével. Azt is kimutattuk, hogy az 55° -os beesési szöghöz tartozó területen az alsó BCC fázis kétszer annyira porlódott, mint a felső BCC fázis.

A felületi megmunkálás során az ionnyaláb beesési szögétől függetlenül eltérő porlasztási hozam volt jellemző a különböző fázisok között, illetve az 55° -os besugárzás esetén az azonos (BCC) fázisok között is. A porlódásbeli eltérést a kristályrácsok eltérő orientációjával magyaráztuk.

Visszaszórtelektron-diffrakciós mérés segítségével meghatároztuk az 55° -os besugárzás területén a BCC fázisok pontos orientációit. Ennek segítségével megállapítottuk, hogy az orientáció befolyásoló hatása a minta atomjainak az ionnyaláb irányából látható pakolási szorosságával magyarázható.

7. További célok

A továbbiakban célunk a porlasztási hozam orientáció függését mélyebben vizsgálni, meghatározni a pakolási szorosság konkrét számszerű értékét az (111) és (101) irányok esetében.

Célunk az FCC és BCC fázisok morfológiájának átfogóbb vizsgálata, melynek részeként választ adunk arra, hogy miért csak 55° -os beesési szögnél jelent meg szabályos hullámosodás az FCC fázisban. Ehhez az ionnyaláb beesési szögét 53° - 55° szögtartományon 1° -os lépésközzel változtatva fogjuk vizsgálni a hullámosodás létrejöttének mértékét és hullámhosszát.

Tervezzük nagyobb szögű beeséseknél vizsgálni a kialakuló morfológiát. További besugárzásokat is végezzünk, miközben az egyes méréssorozatokon belül mindig kizárólag egy paraméter értékét változtatjuk. Végzünk méréseket eltérő besugárzási időtartamokon, és ionnyaláb energiaértékeken.

Vizsgálni fogunk másképpen hőkezelt mintákat hasonló módokon.

Hivatkozások

- [1] J. W. Yeh, S. K. Chen, S. J. Lin, J. Y. Gan, T. S. Chin, T. T. Shun, C. H. Tsau and S. Y. Chang: ‘Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes’, *Adv. Eng. Mater.*, 2004, 6, 299-303.
- [2] B. Cantor, I. T. H. Chang, P. Knight and A. J. B. Vincent: ‘Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys’, *Mater. Sci. Eng. A*, 2004, 375-377, 213-218
- [3] J. W. Yeh, S. K. Chen, J. Y. Gan, S. J. Lin, T. S. Chin, T. T. Shun, C. H. Tsau and S. Y. Chang: ‘Formation of simple crystal structures in Cu–Co–Ni–Cr–Al–Fe–Ti–V alloys with multiprincipal metallic elements’, *Metall. Mater. Trans. A*, 2004, 35, 2533–2536.
- [4] J. W. Yeh: ‘Recent progress in high-entropy alloys’, *Ann. Chim. – Sci. Mater.*, 2006, 31, 633–648
- [5] J. W. Yeh: ‘Alloy design strategies and future trends in high-entropy alloys’, *JOM*, 2013, 65, 1759–1771.
- [6] M. H. Tsai and J. W. Yeh: ‘High-entropy alloys: a critical review’, *Mater. Res. Lett.*, 2014, 2, 107–123.
- [7] B. S. Murty, J. W. Yeh and S. Ranganathan: ‘High-entropy alloys’, 1st edn; 2014, London, Butterworth-Heinemann.
- [8] J. W. Yeh: ‘Physical metallurgy of high-entropy alloys’, *JOM*, 2015, 67, 2254–2261.
- [9] M. Navez, C. Sella, D. Chaperot, *C. R. Acad. Sci.* 254 (1962) 240.
- [10] Bradley, R. & Harper, James. (1988). Theory of ripple topography induced by ion bombardment. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. 6. 2390 - 2395. 10.1116/1.575561.
- [11] Vasiliu, Florin & Teodorescu, I. & Glodeanu, Florian. (1975). SEM investigations of iron surface ion erosion as a function of specimen temperature and incidence angle. *Journal of Materials Science*. 10. 399-405. 10.1007/BF00543683.
- [12] Carter, G. & Nobes, M. & Paton, F. & Williams, J. & Whitton, J.. (1977). Ion bombardment induced ripple topography on amorphous solids. *Radiation Effects*. 33. 65-73. 10.1080/00337577708237469.

- [13] Lucille A. Giannuzzi, Brenda I. Prenitzer, Brian W.Kempshall
FEI Company, Hillsboro, OR97124, Nanospective Inc., Orlando FL32826.
- [14] Arredondo Parra, Rodrigo & Oberkofler, Martin & Schwarz-Selinger, Thomas
& Toussaint, U. & Burwitz, V.V. & Mutzke, Andreas & Vassallo, Espedito &
Pedroni, Matteo. (2019). Angle-dependent sputter yield measurements of keV D
ions on W and Fe and comparison with SDTrimSP and SDTrimSP-3D. Nuclear
Materials and Energy. 18. 72-76. 10.1016/j.nme.2018.12.007.
- [15] <https://www.globalsino.com/EM/page2455.html>
- [16] Barna A and Barna PB, Zalar, A, "Analysis of the development of large area
surface topography during ion etching," Vacuum, 40, 1-2, 115-120 (1990).
- [17] Rauschenbach, B. (2022). Sputtering. In: Low-Energy Ion Irradiation of Ma-
terials. Springer Series in Materials Science, vol 324. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-97277-6_5
- [18] Ishida, Naoyuki & Craig, Vincent. (2019). Direct Measurement of Interaction
Forces between Surfaces in Liquids Using Atomic Force Microscopy. KONA
Powder and Particle Journal. 36. 10.14356/kona.2019013.
- [19] [https://ukdiss.com/examples/micromechanical-properties-asphalt.
php?vref=1](https://ukdiss.com/examples/micromechanical-properties-asphalt.php?vref=1)
- [20] <http://fizikaiszemle.hu/archivum/fsz1110/havancsak1110.html>
- [21] https://myscope.training/pdf/MyScope_FIB.pdf
- [22] Winkelmann, Aimo. (2007). Simulation of Electron Backscatter Diffracti-
on Patterns. Microscopy and Microanalysis - MICROSC MICROANAL. 13.
10.1017/S1431927607072546.
- [23] Chen, Z. (2010). Superplasticity of coarse grained aluminum alloys. s.n.
- [24] https://rsc.aux.eng.ufl.edu/_files/documents/965.pdf
- [25] [https://www.deshbandhucollege.ac.in/pdf/resources/1585214200_PHY%
20H%29-VI-NANO-MATERIAL-1-AJAYPRATAP.pdf](https://www.deshbandhucollege.ac.in/pdf/resources/1585214200_PHY%20H%29-VI-NANO-MATERIAL-1-AJAYPRATAP.pdf)