

05:06

## Создание аморфизованных состояний в приповерхностных объемах металлов радиационным воздействием

© В.А. Ивченко

Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н. Ельцина, Екатеринбург  
Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург  
E-mail: ivchenko@ier.uran.ru

Поступило в Редакцию 5 декабря 2012 г.

Определены режимы радиационного воздействия для создания аморфизованных состояний в приповерхностном объеме платины. Диагностика облученной структуры проводилась методом полевой ионной микроскопии. Показано, что радиационное воздействие на чистые металлы с энергией  $E = 30 \text{ keV}$  при изменении флюенса заряженных пучков ионов аргона на два порядка (от  $10^{16}$  до  $10^{18} \text{ ион/см}^2$ ) значительно влияет на кинетику дефектообразования в приповерхностном объеме облученных материалов. Установлено, что явление аморфизации металла в приповерхностном объеме происходит до  $12 \text{ nm}$  в глубину образца при увеличении флюенса до  $10^{18} \text{ ион/см}^2$  и указанных выше энергиях облучения.

Одно из приоритетных направлений физики конденсированного состояния занимают работы в области создания новых материалов в результате интенсивных внешних воздействий. К таким воздействиям относятся и лучевые технологии.

Экспериментальные исследования изменений структуры металлов и сплавов после радиационного воздействия [1–6] показали, что взаимодействие ускоренных заряженных ионов с веществом инициирует образование в приповерхностном объеме аморфных, нано- и субмикроструктурных состояний.

Важной проблемой радиационного материаловедения является определение структурного состояния и фазового состава именно приповерхностных слоев материалов, подвергнутых облучению. Одна из актуальных задач этой проблемы состоит в изучении взаимодействия пучков заряженных частиц с поверхностью материала в приповерхност-

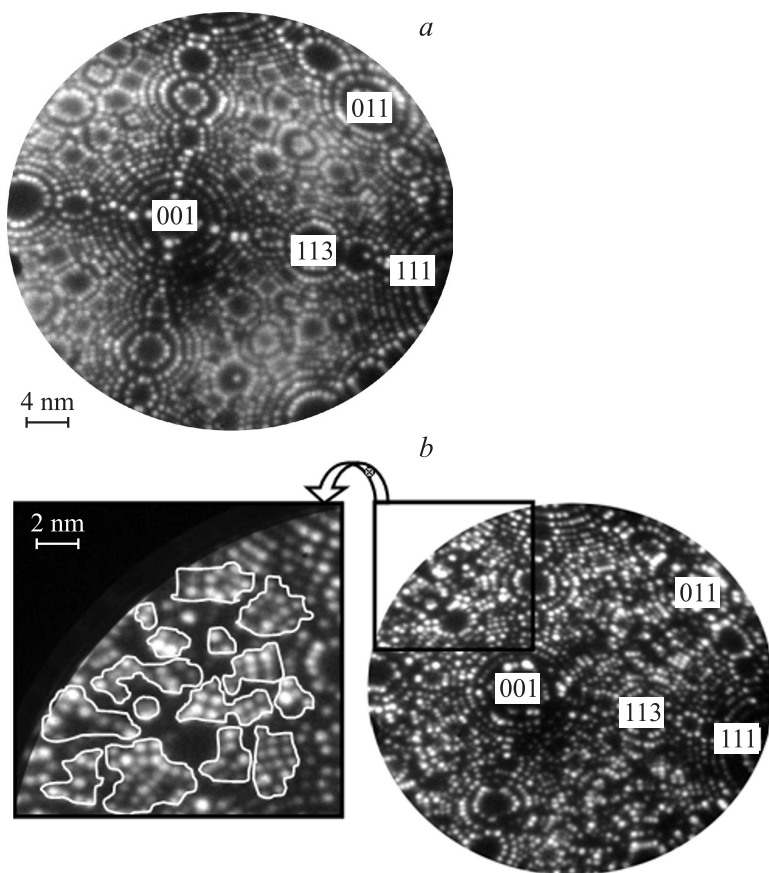
ном объеме (на расстоянии  $\sim 1-100$  nm от облученной поверхности). Поэтому в данной работе прецизионное исследование изменений реальной структуры поверхностных атомных слоев металлов проводилось методом полевой ионной микроскопии (ПИМ). Возможности ПИМ позволяют изучать приповерхностный объем облученных материалов контролируемым удалением атомов с поверхности, анализируя тем самым структуру образца в процессе полевого испарения одного атомного слоя за другим. Визуализируя атомно-чистую и атомно-гладкую поверхность объекта исследования при криогенных температурах, удается получать количественные результаты изменения положений атомов в кристаллической решетке, вызванных ионной имплантацией положительных ионов аргона.

Цель данной работы — определение режимов радиационного воздействия ускоренных до 30 keV пучков  $\text{Ar}^+$  для создания аморфизованных состояний в приповерхностных объемах металлов (Pt). Ранее эффект частичной аморфизации в приповерхностном объеме сплава  $\text{Cu}_3\text{Au}$  был установлен в [5] методом ПИМ.

Объектом облучения служила платина (чистота 99.99%). Образцы, предназначенные для исследования, готовили в виде игольчатых эмиттеров с радиусом кривизны вершины 30–50 nm путем электрохимической полировки из проволочных заготовок материалов. Затем образцы аттестовывались в полевом ионном микроскопе с целью обеспечить атомно-гладкую поверхность перед облучением. Доказательством служили полученные ионные изображения поверхности металла (рис. 1, *a*). Имплантация аттестованных в полевом ионном микроскопе образцов-острий из Pt проводилась ускоренными до 30 keV пучками газовых ионов ( $\text{Ar}^+$ ), флюенсами ( $F$ )  $10^{16}-10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup> и плотностью ионного тока  $j = 150$  ( $T = 70^\circ\text{C}$ ) и  $200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  ( $T = 200^\circ\text{C}$ ) соответственно.

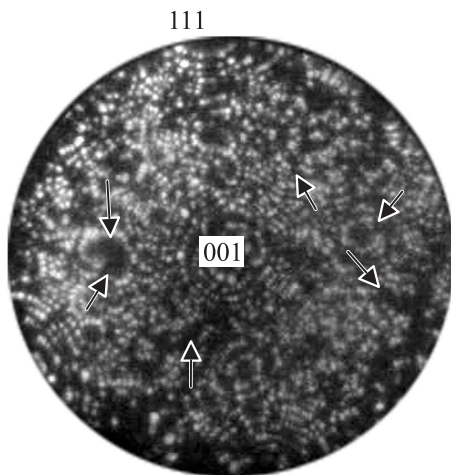
Бомбардировка производилась в направлении, параллельном оси образца-острия. Имплантированные образцы-острия вновь помещали в полевой ионный микроскоп и, регистрируя фото- или видеокamerой полевые ионные микрокартины поверхности при контролируемом удалении атомных слоев, получали экспериментальный материал для последующего анализа модифицированной структуры.

Полевой ионный микроскоп был снабжен микроканальным ионно-электронным конвертером, усиливающим яркость ионных изображений в  $10^4$  раз. Хладагентом служил жидкий азот ( $T = 78$  K), в качестве изображающего газа использовали спектрально чистый неон.



**Рис. 1.** Неоновые изображения Pt: *a* — ионный контраст аттестованного кристалла; *b* — ионный контраст поверхности после облучения  $\text{Ag}^+$  с  $F = 10^{16} \text{ ion/cm}^2$  ( $T = 70^\circ\text{C}$ ).

Атомно-гладкая поверхность вершины эмиттера для последующего облучения была приготовлена *in situ* в процессе полевого испарения поверхностных атомов. Ионные изображения аттестованных полевых эмиттеров показывали практически совершенный кольцевой контраст монокристаллов чистых металлов, свидетельствующий об отсутствии структурных дефектов (рис. 1, *a*). Анализируя ионный

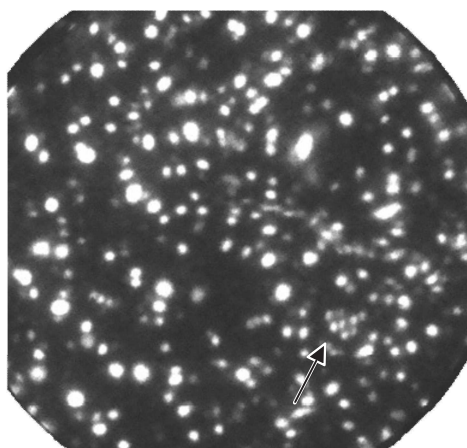


**Рис. 2.** Неоновое изображение Pt после облучения  $\text{Ar}^+$  с  $F = 10^{17} \text{ ion/cm}^2$  ( $T = 200^\circ\text{C}$ ). Типичный ионный контраст границ наноблоков и дефектов показан стрелками.

контраст чистой платины после облучения с флюенсом  $10^{16} \text{ ion/cm}^2$ ,  $j = 100\text{--}150 \mu\text{A/cm}^2$ ,  $T = 70^\circ\text{C}$  (рис. 1, *b*), и с флюенсом  $10^{17} \text{ ion/cm}^2$ ,  $j = 200 \mu\text{A/cm}^2$ ,  $T = 200^\circ\text{C}$  (рис. 2), очевидно, что при указанных дозах облучения фазовое состояние металла остается кристаллическим.

При флюенсе  $10^{16} \text{ ion/cm}^2$  наблюдаются изменения ионного контраста поверхности облученной платины (рис. 1, *b*) по сравнению с контрастом поверхности исходной аттестованной Pt (рис. 1, *a*). На ионных микрокартинах были обнаружены нарушения в кольцевом контрасте изображений граней кристалла. Именно такие нарушения в кольцевой картине ионного контраста регистрируют дефектность в совершенной структуре кристалла и определяют контраст от тех или иных дефектов, возникающих в материале после внешних воздействий. В данном случае изменения ионного контраста облученной платины по сравнению с контрастом исходной аттестованной Pt, наблюдаемые в слое глубиной 1.5 nm от облученной поверхности, свидетельствуют о присутствии блочной наноразмерной структуры в приповерхностном объеме материала [7] (рис. 1, *b*).

Анализируя ионный контраст расположения атомов в наноблоках (рис. 1, *b*), очевидно, что атомы практически занимают свои узлы в



**Рис. 3.** Ионный контраст поверхности Pt после облучения  $\text{Ag}^+$  с  $F = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$  ( $T = 300^\circ\text{C}$ ) (стрелкой отмечена область кристаллического состояния металла).

кристаллической решетке материала, хотя сами наноблоки разориентированы относительно друг друга.

В результате облучения до более высокого флюенса ( $F = 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ , рис. 2) эффект формирования блочной нанокристаллической структуры (с размером блоков 1–5 nm) наблюдается в приповерхностном объеме глубиной не менее 20 nm от облученной поверхности. Изучение соответствующих экспериментальных данных позволило определить поперечные и продольные размеры нанокристаллических блоков и ширину граничной области между наноблоками. Ширина граничной области, по нашим оценкам, варьировала от 0.4 до 0.8 nm на различных участках границ наноблоков в облученной ионами платине [8].

Ионный контраст поверхности облученной платины обнаруживает типичный для границ зерен и дефектов упаковки контраст [9] практически во всех гранях микрокартины (рис. 2). Это означает, что при  $F = 10^{17} \text{ ion/cm}^2$  механизм образования наноблочной структуры в теле материала изменяется.

Радиационное воздействие на чистые металлы с  $E = 30 \text{ keV}$  при изменении флюенса заряженных пучков ионов аргона на два порядка

(от  $10^{16}$  до  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup>) значительно влияет на кинетику дефектообразования и фазовое состояние в приповерхностном объеме облученных материалов. На рис. 3 приведено ионное изображение облученной поверхности платины с флюенсом  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup>.

Исходя из контраста микрокартин атомно-чистой поверхности платины при анализе приповерхностного объема материала в процессе контролируемого удаления атомных слоев, очевидно, что при увеличении флюенса до  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup> фазовое состояние металла практически становится аморфным. Доказательством служит бесструктурное расположение атомов в приповерхностных слоях. Аналог наблюдаемого ионного контраста соответствует ионному контрасту аморфных материалов, полученных сверхскоростным охлаждением. По нашей оценке аморфизация чистого металла (Pt) происходит в приповерхностном объеме глубиной 12 nm от облученной поверхности.

Таким образом, в данной работе определены режимы радиационного воздействия при создании аморфизованных состояний в приповерхностном объеме платины.

Показано, что радиационное воздействие на чистые металлы с  $E = 30$  keV при изменении флюенса заряженных пучков ионов аргона на два порядка (от  $10^{16}$  до  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup>) значительно влияет на кинетику дефектообразования в приповерхностном объеме облученных материалов.

Установлено, что явление аморфизации металла в приповерхностном объеме Pt происходит до 12 nm в глубину образца при увеличении флюенса до  $10^{18}$  ion/cm<sup>2</sup> и указанных выше энергиях облучения. Участки аморфизованной фазы сохраняются в металле не менее чем на 60 nm по глубине.

Работа выполнена при поддержке Уральского отделения Российской академии наук (программа ОФН РАН № 5 „Физика новых материалов и структур“).

## Список литературы

- [1] Гусева М.И. Ионная имплантация в неполупроводниковые материалы / Итоги науки и техники. Сер. Физические основы лазерной и пучковой технологии. Т. 5. М.: ВИНТИ, 1989.
- [2] Овчинников В.В. // Известия РАН. Металлы. 1996. № 6. С. 104–129.

- [3] *Модифицирование* и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками / Под ред. Дж. Поута, Г. Фоти и Д. Джекобсона. М.: Машиностроение, 1987. 424 с.
- [4] *Ивченко В.А., Медведева Е.В.* // Изв. вузов. Физика. 2009. № 8/2. С. 410–412.
- [5] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н., Кузнецова Л.Ю.* // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. В. 13. С. 5–10.
- [6] *Ivchenko V.A., Syutkin N.N., Bunkin A.Yu.* // J. de Phys. 1988. V. 49-C6. P. 379–383.
- [7] *Ivchenko V.A., Medvedeva E.V.* // Izvestiya Rossiiskoi Akademii Nauk. Seriya Fizicheskaya. 2010. V. 74. N 2. P. 37–240.
- [8] *Ивченко В.А.* // Наноматериалы и наноструктуры — XXI век. 2012. № 1. С. 42–53.
- [9] *Boowkett K.M., Smith D.A.* Field Ion Microscopy // Defects in Crystalline Solids / Eds S. Amelinckx, R. Gevers, J. Nihoul. Amsterdam, London: North Holand Publishing Company, 1970. V. 2. 257 p.