

05;12;13

Анализ механизмов радиационно-индуцированного эффекта наноструктуризации приповерхностных объемов металлов

© В.А. Ивченко

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

Поступило в Редакцию 5 декабря 2013 г.

На основании результатов, полученных методом полевой ионной микроскопии, проведен анализ механизмов радиационно-индуцированного эффекта наноструктуризации приповерхностных объемов металлов. Предполагается, что модификация приповерхностного объема металлов в нанометровом диапазоне при взаимодействии с пучками заряженных частиц Ag^+ происходит за счет нескольких механизмов. В частности, при флюенсе $F = 10^{16}$ ion/cm² ($E = 30$ keV) основной вклад вносит эффект каналирования. Увеличение флюенса на порядок приводит к превалированию деформационного механизма при образовании наноструктурированных состояний в приповерхностном объеме металла.

Известно, что взаимодействие ускоренных заряженных ионов с веществом приводит к формированию особых конденсированных наносостояний в облученных материалах, а следовательно, и к получению уникальных прочностных и физических свойств. Экспериментальные исследования изменений структуры металлов и сплавов после радиационного воздействия [1–4] показали, что облучение веществ инициирует образование в приповерхностном слое аморфных, нано- и субмикросталлических структур. Такие существенные изменения структурного состояния поверхностных слоев приводят к значительному улучшению физико-механических свойств веществ по сравнению с традиционными способами обработки материалов.

Ранее [5,6] методом полевой ионной микроскопии (ПИМ) было показано, что в результате ионного облучения заряженными частицами средних энергий (до 40 keV) в нанометровом диапазоне от поверхности происходит наноструктуризация приповерхностного объема чистых металлов. 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. Последовательно визуализируя атомно-чистую поверхность объекта исследования при криогенных температурах, удается получать количественную информацию об изменении положений отдельных атомов и даже целых групп атомов, вызванных ионной имплантацией положительных ионов аргона, изучать атомное строение возникших радиационных дефектов кристаллической решетки и их распределение в объеме, определять толщину модифицированного приповерхностного слоя и т. д.

В данной работе делается попытка проанализировать влияние ионной имплантации на атомную структуру платины при изменении параметров облучения (энергии, плотности ионного тока и дозы облучения) ускоренными пучками заряженных ионов аргона с целью выяснения механизмов возникновения наноструктурных состояний в облучаемом приповерхностном объеме. Изучение закономерностей таких явлений необходимо для реализации возможности целенаправленной модификации физических свойств материалов, что является одним из направлений высоких нанотехнологий. И наконец, взаимодействие ионов с веществом предлагает ряд методов для диагностики как исходных материалов, так и изменений, вызванных самим ионным облучением.

Объектом облучения являлись платина (чистота 99,99%) и вольфрам. Образцы, предназначенные для исследования, готовили в виде игольчатых эмиттеров с радиусом кривизны вершины 30–50 nm из проволочных заготовок металла путем электрохимической полировки. Затем образец аттестовывали в полевом ионном микроскопе, т. е. получали ионное изображение Pt в исходном состоянии. Облучение игольчатых образцов, предварительно аттестованных в полевом ионном микроскопе, проводилось ускоренными до 30 keV пучками газовых ионов (Ar^+), флюенсами (F) 10^{16} – 10^{17} ion/cm² и плотностью ионного тока $j = 150 \mu A/cm^2$ ($T = 70^\circ C$) и $200 \mu A/cm^2$ ($T = 200^\circ C$) соответственно. Бомбардировка производилась в направлении, параллельном оси образца-острия. Имплантированные образцы-острия вновь помеща-

ли в полевой ионный микроскоп и, регистрируя фото- или видеокамерой полевые ионные микрокартины поверхности при контролируемом удалении атомных слоев, получали экспериментальный материал для последующего анализа дефектной структуры.

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

Аттестованные в полевом ионном микроскопе образцы перед облучением имели атомно-гладкую поверхность вершины эмиттера, близкую полусферической. Такая поверхность была приготовлена *in situ* в процессе полевого испарения поверхностных атомов. Ионные изображения аттестуемых полевых эмиттеров показывали практически совершенный кольцевой контраст монокристаллов чистых металлов, свидетельствующий об отсутствии структурных дефектов (рис. 1, *a*).

На рис. 1, *b* представлено неоновое изображение атомно-чистой поверхности чистой платины, облученной ионами Ar^+ с $E = 30\text{ keV}$, $F = 10^{16}\text{ ion/cm}^2$. 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 толщиной 1.5 nm от облученной поверхности, свидетельствуют о присутствии блочной наноразмерной структуры в приповерхностном объеме материала.

Проведенный количественный анализ распределения наноблоков по размерам в модифицированном приповерхностном объеме ($V \approx 250\text{ nm}^3$) платины, облученной ионами аргона до флюенса $F = 10^{16}\text{ ion/cm}^2$, приводится в [4]. Для определения объемных долей наноблоков различных размеров использовался линейный метод А. Розиваля, основанный на принципе Кавальери–Акера.

Анализ ионного контраста расположения атомов в наноблоках (рис. 1, *b*) показал, что атомы практически занимают свои узлы в кристаллической решетке материала, хотя сами наноблоки разориентированы относительно друг друга. Принимая во внимание, что в эксперименте мишенью облучения служил монокристалл платины (объ-

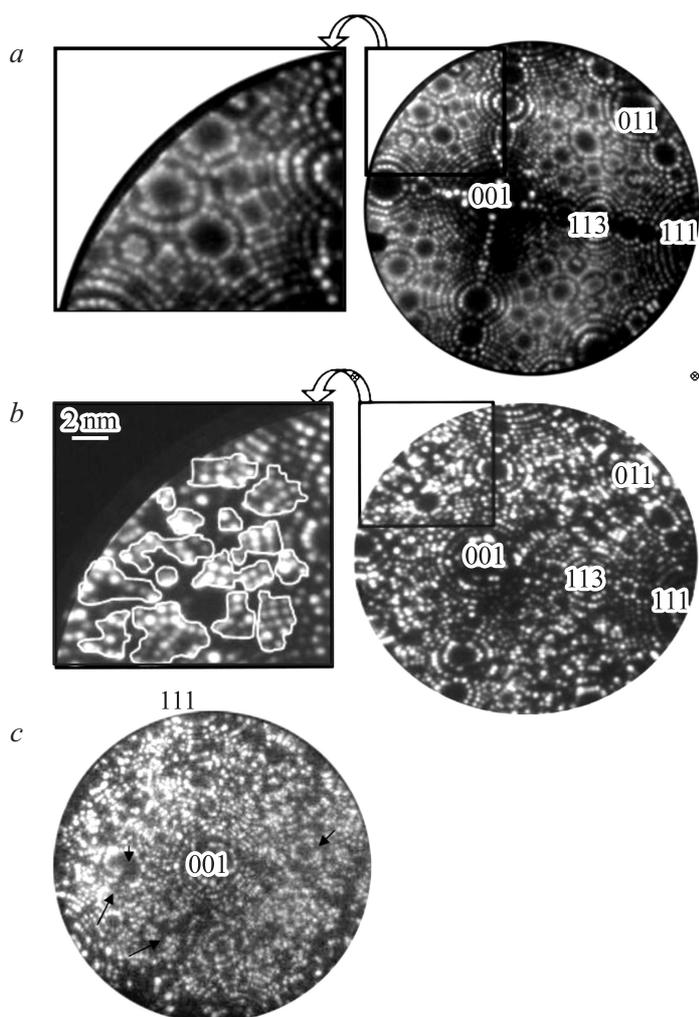


Рис. 1. Неоновые изображения Pt: *a* — ионный контраст аттестованного кристалла; *b* — ионный контраст поверхности после облучения Ag⁺ с $F = 10^{16}$ ion/cm² ($T = 70^\circ\text{C}$); *c* — после облучения Ag⁺ с $F = 10^{17}$ ion/cm² ($T = 200^\circ\text{C}$), типичный ионный контраст границ наночастиц и дефектов упаковки показан стрелками.

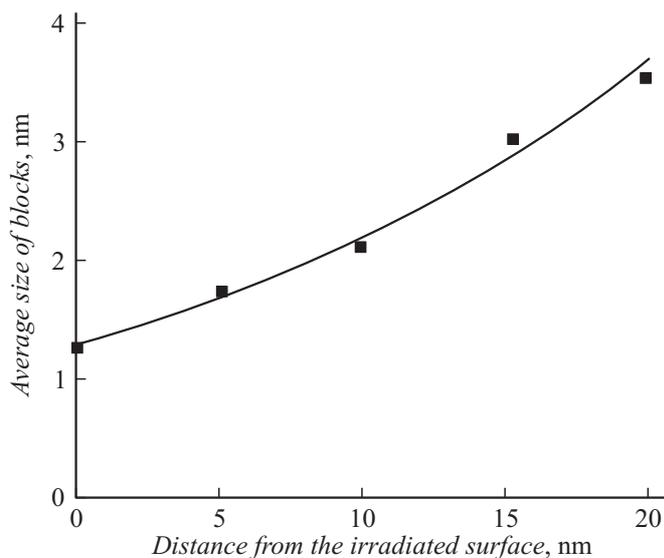


Рис. 2. Изменение размеров блоков по глубине сечения от поверхности платины, облученной ионами аргона до флюенса $F = 10^{17}$ ion/cm².

ект исследования в микроскопе, имея радиус закругления 30–50 nm, практически всегда является монокристаллом), можно предположить в качестве основного механизма образования наноструктурированного состояния при $F = 10^{16}$ ion/cm² эффект каналирования [7].

В результате облучения до более высокого флюенса ($F = 10^{17}$ ion/cm²) (рис. 1, *a*) эффект формирования блочной нанокристаллической структуры (с размером блоков 1–5 nm) наблюдается в приповерхностном объеме толщиной не менее 20 nm от облученной поверхности. Изучение соответствующих экспериментальных данных позволило определить поперечные и продольные размеры нанокристаллических блоков (рис. 2) 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.

Ионный контраст поверхности облученной платины обнаруживает типичный для границ зерен и дефектов упаковки контраст [8] практи-

чески во всех гранях микрокартины (рис. 2). Это означает, что при $F = 10^{17}$ ion/cm² механизм образования наноблочной структуры в теле материала изменяется.

В [9,10] было показано, что подобные нанокристаллические блочные структуры могут реализовываться и в процессе интенсивной пластической деформации. На основании этих экспериментальных данных можно предположить, что анализируемая в настоящей работе наноблочная структура является на этапе увеличения флюенса до $F = 10^{17}$ ion/cm² результатом деформационных процессов, протекающих в материале в ходе ионного облучения и в последующий за облучением промежуток времени.

Подтверждением такой трактовки явления образования наноструктурированного приповерхностного слоя могут служить экспериментальные результаты, полученные в [11]. Авторы [11] утверждают, что в поверхностном слое, легируемом при ионной имплантации, генерируются точечные дефекты, дислокационные петли и дислокации. В приповерхностной зоне может также происходить формирование дислокационных субструктур (ДСС). По классификации ДСС [12] в результате облучения могут возникать и наноструктурные состояния в процессе сложных дислокационных эволюций.

Поэтому одним из предполагаемых механизмов возникновения наноструктурных состояний в облучаемом до $F = 10^{17}$ ion/cm² приповерхностном объеме чистых металлов может служить деформационная модель.

В результате проведено экспериментальное, в атомно-пространственном масштабе, изучение влияния ионной имплантации на кристаллическую структуру платины при изменении параметров облучения (энергии, плотности ионного тока и дозы облучения) ускоренными пучками заряженных ионов аргона. Из полученных в ПИМ данных проанализирован механизм возникновения наноструктурных состояний в приповерхностном объеме металлов в нанометровом диапазоне от облученной поверхности.

Показано, что модификация кристаллической решетки в приповерхностном объеме облученной платины зависит от режимов облучения заряженными, ускоренными до 30 keV, ионами Ag⁺. При флюенсе $F = 10^{16}$ ion/cm² явление наноструктуризации приповерхностного объема, скорее всего, можно объяснить эффектом каналирования.

Увеличение флюенса на порядок приводит к изменению механизмов возникновения наносостояний в облученном объеме. Наблюдаемый деформационный характер ионного контраста поверхности металла, зарегистрированный в процессе контролируемого последовательного удаления атомных слоев, и последующий анализ состояния приповерхностного объема из полученных экспериментальных данных позволяет судить о превалировании деформационной модели объяснения механизма наноструктуризации.

Таким образом, модификация в нанометровом диапазоне приповерхностного объема облученных металлов происходит за счет нескольких механизмов. В частности, при флюенсе $F = 10^{16}$ ion/cm² ($E = 30$ keV) основной вклад вносит эффект каналирования. Увеличение флюенса на порядок приводит к превалированию деформационного механизма при образовании наноструктурированных состояний в приповерхностном объеме металла.

Можно полагать, что формирование наноструктурных состояний в приповерхностном объеме материала в результате имплантации приведет к существенному повышению физических и механических свойств подвергнутых облучению веществ.

Работа выполнена при поддержке Уральского отделения Российской академии наук, Программа ОФН РАН № 5 (проект № 12-Т-2-1004) „Физика новых материалов и структур“.

Список литературы

- [1] Гусева М.И. // 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., Медведева Е.В. // Перспективные материалы. 2009. Спец. вып. № 7. С. 119–123.
- [6] Ivchenko V.A., Medvedeva E.V. // Izvestiya Rossiiskoi Akademii Nauk. Seriya Fizicheskaya. 2010. V. 74. N 2. P. 237–240.

- [7] *Nastasi M., Mayer J.W., Hirvonen J.K.* Ion-Solid Interactions: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge Solid State Science Series, Cambridge University Press, 1996. XXVII p. 540 p.
- [8] *Boowkett K.M., Smith D.A.* Field Ion Microscopy // Defects in Crystalline Solids / Eds S. Amelinckx, R. Gevers., J. Nihoul. Amsterdam, London: North Holland Publishing Company, 1970. V. 2. 257 p.
- [9] *Ивченко В.А., Сюткин Н.Н.* // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. В. 6. С. 60–64.
- [10] *Ивченко В.А., Эфрос Б.М., Попова Е.В., Эфрос Н.Б., Лоладзе Л.В.* // Физика и техника высоких давлений. 2003. Т. 13. № 3. С. 109–116.
- [11] *Диденко А.Н., Шаркеев Ю.Р., Козлов Э.В., Рябчиков А.И.* Эффекты дальнего действия в ионно-имплантированных металлических материалах. Томск: Изд-во НТЛ, 2004. 328 с.
- [12] *Конева Н.А., Козлов Э.В., Тришкина Л.И.* // Металлофизика. 1991. Т. 12. № 1. С. 49–58.