

05;11

Полевая ионная микроскопия объектов микрометрового масштаба

© В.А. Ксенофонов, Е.В. Саданов, И.М. Михайловский,
О.А. Великодная

Национальный научный центр
„Харьковский физико-технический институт“, Украина
E-mail: mikhailovskij@kipt.kharkov.ua

Поступило в Редакцию 6 июня 2005 г.

На металлах и сплавах обнаружен аномально низкий уровень напряженности полей испарения и полевой ионизации при повышенных парциальных давлениях паров воды. Показано, что этот эффект может быть использован при ионно-микроскопических исследованиях для формирования и полировки поверхности острых образцов в микрометровом диапазоне размеров, что позволяет увеличить на 3–4 порядка исследуемый объем образцов.

Полевая ионная микроскопия является одной из методик, обеспечивающих прямое наблюдение атомов на поверхности твердых тел. Среди современных высокоразрешающих методов физики поверхности она выделяется присущей ей возможностью формирования атомно-гладкой поверхности различной кристаллографической ориентации за счет явления полевого испарения. Это позволяет, в частности, исследовать морфологию поверхности граней с высокими индексами Миллера. Полевое испарение [1,2] используется для очистки и сглаживания острых образцов перед получением ионно-микроскопического изображения. Последовательное полевое испарение поверхностных слоев обнажает внутреннюю структуру острия и является важным орудием не только для изготовления образцов, но и для последующего изучения их микроструктурных характеристик [2]. Для функционирования полевого ионного микроскопа необходимо создание у поверхности образцов электрических полей напряженностью $(2-6) \cdot 10^{10}$ V/m, при которых происходит полевая ионизация атомов инертных газов, используемых обычно для создания ионного изображения. Такие напряженности поля могут быть получены у поверхности острых образцов с радиусами кривизны вершины 10–100 nm при положительном потенциале на

образце в интервале 2–30 kV. Возможность увеличения радиусов кривизны вершины ограничивается разрушением острых образцов под действием пондеромоторных сил электрического поля [3], вследствие масштабного фактора прочности. С увеличением радиуса исследуемой части поверхности в процессе полевого испарения растет рабочее напряжение и возрастает вероятность вакуумных электрических пробоев, приводящих также к разрушению образцов.

В настоящей работе предпринята попытка расширить диапазон исследуемых в полевой ионной микроскопии образцов за счет применения для формирования поверхности явления полевого испарения, стимулированного парами воды [1,4]. Как было показано в работе [4], пары воды при давлении $(1.9–2.7) \cdot 10^{-4}$ Pa снижают испаряющее поле вольфрама в 2–2.5 раза. Нами были проведены эксперименты по полемому испарению образцов при повышенном парциальном давлении (вплоть до 10^{-1} Pa) паров воды и обнаружено аномальное снижение напряженности испаряющего поля ряда металлов при комнатной температуре на два порядка, позволяющее увеличить предельные значения радиусов кривизны образцов до нескольких микрометров.

Исследования проводились в полевом ионном микроскопе с усилителем яркости изображения, изготовленном с использованием микроканальной пластины МКП-46 (коэффициент усиления 10^3). Давление остаточных газов составляло 10^{-5} Pa; парциальное давление паров воды изменялось в интервале $10^{-1}–10^{-2}$ Pa. В результате, при 300 K испаряющее поле вольфрама и сплава W–20% Re снизилось с $5.5 \cdot 10^{10}$ V/m до $6 \cdot 10^8$ V/m. Аналогичный эффект аномального снижения напряженности испаряющего поля при повышенных парциальных давлениях паров воды при комнатных температурах был получен на молибдене и стали X18H10T. Неожиданным оказалось, что при столь низких напряженностях электрического поля интенсивность ионизации паров воды была достаточной для формирования полевого ионного изображения. В соответствии с классической теорией полевой ионизации газов [1,2], исходя из потенциала ионизации молекул воды (12.6 eV), следовало ожидать существенно больших значений напряженности поля ионизации ($\sim 10^{10}$ V/m). Для определения радиуса кривизны образца и коэффициента увеличения определялись — либо исходные значения радиуса по стандартной ионно-микроскопической методике [1], либо конечный радиус кривизны образца после полевого стимулированного испарения по теневого изображению с помощью оптического микроско-

па. Промежуточные значения радиусов кривизны определялись с учетом линейной зависимости напряжения стимулированного испарения от радиуса кривизны образца. Глубина испаренного слоя рассчитывалась по изменению напряжения стимулированного полевого испарения с предварительной фиксацией угла конуса при вершине игольчатого образца.

Разрешение полевого ионного микроскопа при исследовании объектов микрометрового масштаба практически не зависит от дифракционных эффектов и размеров молекул изображающего газа. В связи с этим известное выражение для разрешающей способности полевых ионных микроскопов [1] может быть представлено в виде

$$\delta = 4\beta \left(\frac{rkT}{k_f eF} \right)^{1/2},$$

где r — радиус кривизны образца; β — фактор сжатия изображения; k_f — геометрический полевой фактор; T — температура образца; F — напряженность электрического поля на образце; e — заряд электрона. Геометрический полевой фактор k_f зависит от конфигурации электродов микроскопа и равен для данного микроскопа 10. Для образцов с $r = 1 \mu\text{m}$ напряженность поля лучшего изображения F составляла $2 \cdot 10^9 \text{ V/m}$. Принимая фактор сжатия изображения β равным 1.5, получим для температуры острия $T = 300 \text{ K}$ разрешение $\delta = 7 \text{ nm}$. В отличие от полевых ионных микроскопов, использующих в качестве изображающих инертные газы, разрешение снижено, однако сохранены преимущества методики, связанные с возможностью формирования атомно-гладкой поверхности и исследования микроструктуры в процессе послойного удаления материала образца непосредственно в камере микроскопа с использованием явления стимулированного полевого испарения.

На рис. 1, *a-d* приведена серия полевых ионно-микроскопических изображений поликристаллического острия, изготовленного из нерекристаллизованного сплава W–20% Re. Напряжение в процессе экспонирования составляло 12 kV, а напряженность поля, вследствие испарения материала и увеличения радиуса кривизны образца, монотонно снижалась с $2 \cdot 10^9$ до $1.5 \cdot 10^9 \text{ V/m}$. Микрофотографии получены последовательно в процессе стимулированного полевого испарения образца на глубину $1 \mu\text{m}$. Как видно из микрофотографий, изображение

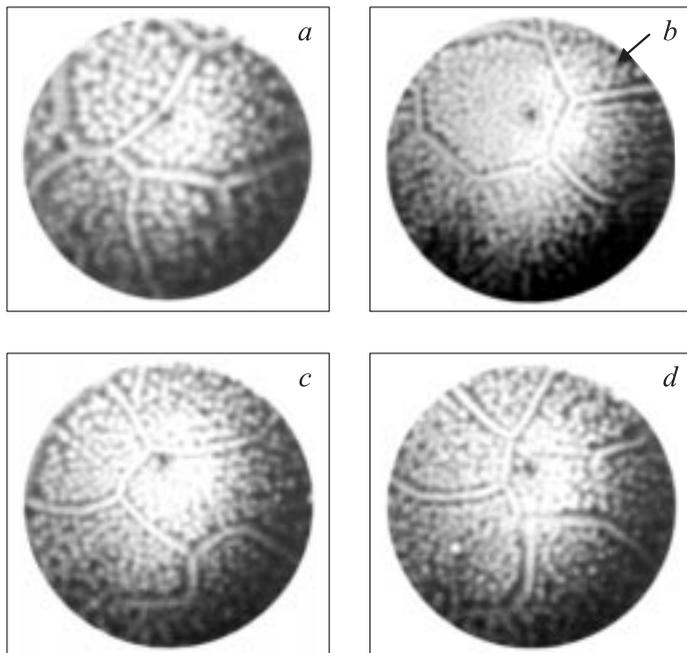


Рис. 1. Серия полевых ионно-микроскопических изображений поверхности поликристаллического сплава W–20% Re, полученных с использованием паров воды.

зерен представляет собой хаотическую совокупность пятен повышенной яркости, на фоне которых выявляется система границ зерен, декорированных в процессе стимулированного полевого испарения в парах воды. Приведенная серия микрофотографий иллюстрирует возможность исследования предложенным методом топологии и статистических свойств ансамбля границ зерен и их тройных стыков. В частности, в процессе стимулированного испарения выявлены статистически распределенные вариации двугранных углов α между границами зерен, обнаруживаемые в процессе стимулированного полевого испарения на глубину D .

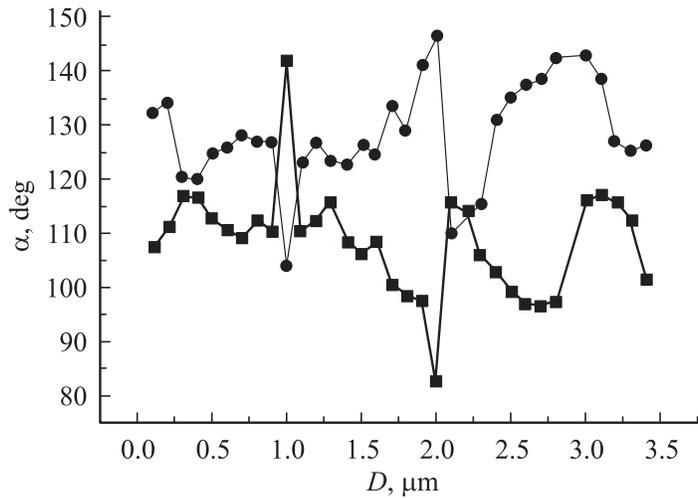


Рис. 2. Распределение по двугранным углам между границами тройного стыка, отмеченного стрелкой на рис. 1.

На рис. 2 приведены распределения величин двугранных углов тройного стыка на основании измерений углов с шагом около 100 нм вдоль линии тройного стыка. Двугранные углы между границами зерен являются одной из основных характеристик тройных стыков зерен, играющих доминирующую роль в формировании механических и других структурно-чувствительных свойств мелкозернистых поликристаллических материалов [5]. К настоящему времени методами полевой ионной микроскопии не исследованы распределения по двугранным углам для индивидуальных тройных стыков из-за ограниченности объема удаляемого полевым испарением материала. Статистически достоверные данные получены лишь для ансамблей тройных стыков, наблюдавшихся в различных образцах [6,7].

Использование обнаруженного в настоящей работе аномального снижения напряженности поля испарения, стимулированного парами воды, позволило исследовать образцы микрометровых размеров и увеличить объем исследованного материала в одном эксперименте до $10^3 - 10^4 \mu\text{m}^3$, что на 3–4 порядка больше объема материала, испа-

ряемого полем при стандартных ионно-микроскопических наблюдениях с использованием инертных газов в качестве изображающих.

Список литературы

- [1] *Мюллер Э., Цонь Т.* Автоионная микроскопия. М.: Металлургия, 1972. 360 с.
- [2] *Miller M.K., Cerezo A., Hetherington M.G., Smith G.D.W.* Atom-Probe Field Ion Microscopy. Oxford: Oxford University Press, 1996. 509 p.
- [3] *Михайловский И.М., Полтинин П.Я., Федорова Л.И.* // ФММ. 1983. Т. 56. В. 1. С. 186–191.
- [4] *Блаженков Н.М., Лаврентьев Г.Я., Шредник В.Н.* // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. В. 12. С. 50–55.
- [5] *Randle V.* // Acta Metal. Mater. 1994. V. 43. N 5. P. 1741–1749.
- [6] *Михайловский И.М., Саданов Е.В.* // Поверхность. Физика, химия, механика. 1990. В. 5. С. 119–123.
- [7] *Lazarenko A.S., Mikhailovskij I.M., Rabukhin V.B., Velikodnaja O.A.* // Acta Metal. Mater. 1994. V. 43. N 2. P. 639–643.