

05.4;10;12

©1995

## АВТОИОННОМИКРОСКОПИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РАДИАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ Y-Ba-Cu-O

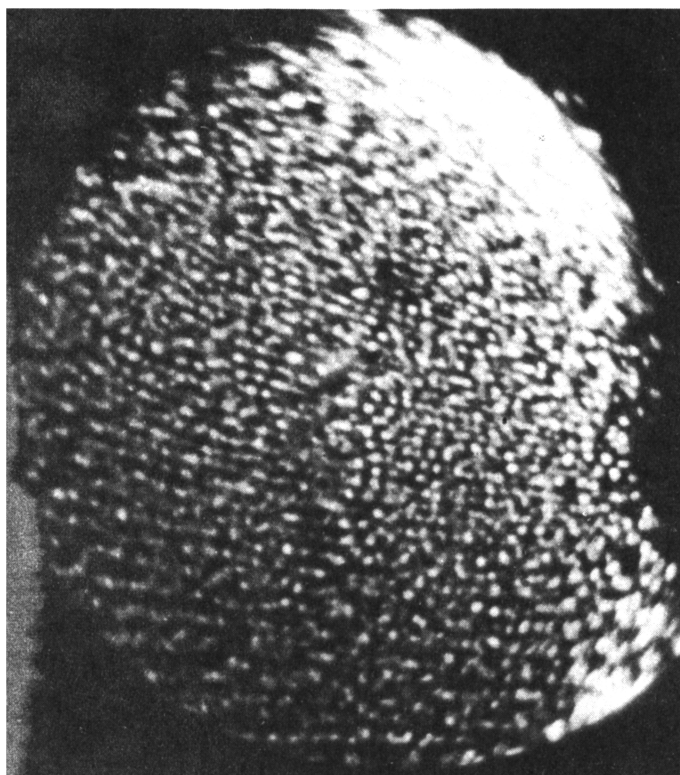
*Г.Г.Кузьяметов, А.Л.Суворов*

Использование автоионного микроскопа для исследования радиационных дефектов в материалах является в настоящее время традиционным в основном для металлических объектов. Рассмотрение и анализ полученных в этом плане результатов содержится в ряде обзорных статей (см., например, [1-3]) и монографий [4,5]. Причем интенсивность таких исследований постепенно спадает, тогда как сами они приобретают определенную специфичность (из работ последних лет в качестве показательных можно назвать [6-9]).

Перспектива дальнейшего развития работ в этом направлении связана, на наш взгляд, не столько с исследованием новых, еще не изученных с помощью этой уникальной методики радиационных эффектов, сколько с распространением методики на новые объекты, новые материалы. Причем в ряду наиболее интересных среди них стоят, по-видимому, высокотемпературные сверхпроводящие (ВТСП) материалы [10]. Изучению радиационных эффектов в ВТСП-материалах уделяется в наши дни большое внимание; при этом детальному анализу подвергаются как чисто научные, так и прикладные аспекты (например, [11,12]). Однако в автоионной микроскопии эти проблемы только начинают рассматриваться, что обусловлено сложностью и большой специфичностью автоионномикроскопических анализов ВТСП-материалов [13-15]. В то же время именно от автоионной микроскопии можно ожидать получения здесь новой важной информации. И именно для автоионной микроскопии ВТСП-материалы представляют повышенный интерес ввиду их многокомпонентности, сложной кристаллической структуры, большой практической перспективы.

В настоящей работе авторы изучали дефектную структуру монокристаллических образцов  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  со структурой типа 1-2-3, облученных ионами  $Ag^+$  с энергией 35 кэВ.

Острые образцы для автоионномикроскопического анализа изготавливались по методике, описанной в [16]: мо-



а

**Рис. 1.** Автоионномикроскопические изображения исходного, необлученного (а) и облученного ионами  $\text{Ag}^+$  с энергией 35 кэВ флюенсом  $10^{15}$  ионов/ $\text{см}^2$  (б) монокристаллического образца  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . Пояснения стрелок — в тексте.

нокристаллы расщеплялись бритвой, с помощью светового микроскопа визуально выбирались острые “кусочки”, которые затем электропроводящим клеем прикреплялись на кончики вольфрамовых острий.

На первом этапе все образцы просматривались в автоионном микроскопе, где путем испарения полем формировалась атомно-гладкая поверхность их вершины. Изображающим газом служил азот, охлаждение образцов производилось жидким азотом, т. е. температура при автоионномикроскопическом анализе составляла 77 К. Типичное изображение необлученного образца приведено на рис. 1, а.

Затем образцы извлекались из микроскопа и облучались в установке для ионной имплантации ионами  $\text{Ag}^+$  при ком-



б

Рис. 1 (продолжение).

натной температуре в вакууме порядка  $10^{-5}$  Тор. Флюенсы облучения варьировались в пределах  $10^{14} - 10^{16}$  ионов/см<sup>2</sup>. После этого проводился повторный анализ образцов в автоионном микроскопе. При этом получаемые микроскопические изображения регистрировались как путем прямого фотографирования с флуоресцирующего экрана, так и с помощью телекамеры, соединенной с персональным компьютером типа IBM, записывались в виде файлов формата рхх размером  $256 \times 256$ . Для последующей машинной обработки использовался специально созданный пакет программ. Предусматривалось 256 градаций серого, а на получаемых цветных компьютерных образах изображений каждый цвет соответствовал определенному диапазону яркости, тогда как сама программа позволяла активно менять эти диапа-

зоны, отфильтровывать на заданном уровне шумы и т. п. Особое удобство представляло реализованное в программе автоматическое выявление и расчет параметров объемных дефектов — пор и обедненных зон. Отработка программы и ее нормирование проводилось путем анализа тестовых изображений облученных вольфрамовых образцов.

На рис. 1, б приведено автоионномикроскопическое изображение того же образца, что и на рис. 1, а, но после облучения ионами  $Ag^+$  до флюенса  $10^{15}$  ионов/ $см^2$ . Направление облучения указано стрелками  $\theta$ . Как видно, облучение привело к некоторому распылению поверхности, образованию в приповерхностном слое небольших вакансионных кластеров — обедненных зон или пор (указаны стрелками 1). Непосредственных выводов об образовании единичных точечных дефектов по указанному изображению сделать нельзя. Однако, сравнивая изображения рис. 1, а и 1, б следует отметить качественное изменение контраста: в отличие от первого изображения на втором отчетливо проявляются несколько кристаллографических полюсов вдоль зоны (указаны стрелками 2).

Наборы изображений типа 1, б, полученные в процессе последовательного испарения полем нескольких десятков поверхностных атомных слоев, позволяют оценить линейные размеры и объем наблюдаемых дефектных областей (см. ниже). Однако в этой связи необходимо отметить, что характер испарения полем образцов из ВТСП-материалов существенно отличается от такового для образцов из чистых металлов [5].

На рис. 2 приведены автоионномикроскопические изображения поверхностей одного и того же ВТСП-образца, из которых первое (рис. 2, а) получено до облучения, тогда как второе (рис. 2, б) — после облучения ионами  $Ag^+$  до флюенса  $5 \cdot 10^{15}$  ионов/ $см^2$ . Направление облучения на изображениях показано стрелками  $\theta$ . Стрелкой 1 на рис. 2, б указана небольшая дефектная область — вакансионный кластер, стрелками 2, 3 и 4 — дефектные области больших размеров, из которых одна (стрелка 2) изолирована, тогда как две другие — нет. Предпринятый компьютерный анализ этого изображения позволил выявить дополнительные дефектные области (однозначно — обедненные зоны), оценить их линейные размеры и объем. По поводу же самих дефектных областей логично предположить, что за их образование ответственны каскады атомных смещений [17].

Учитывая результаты работы [18], в которой экспериментально и с помощью машинного моделирования был обнаружен порог (по концентрации вакансий) “растравливания” при испарении полем обедненных зон и превращении их в

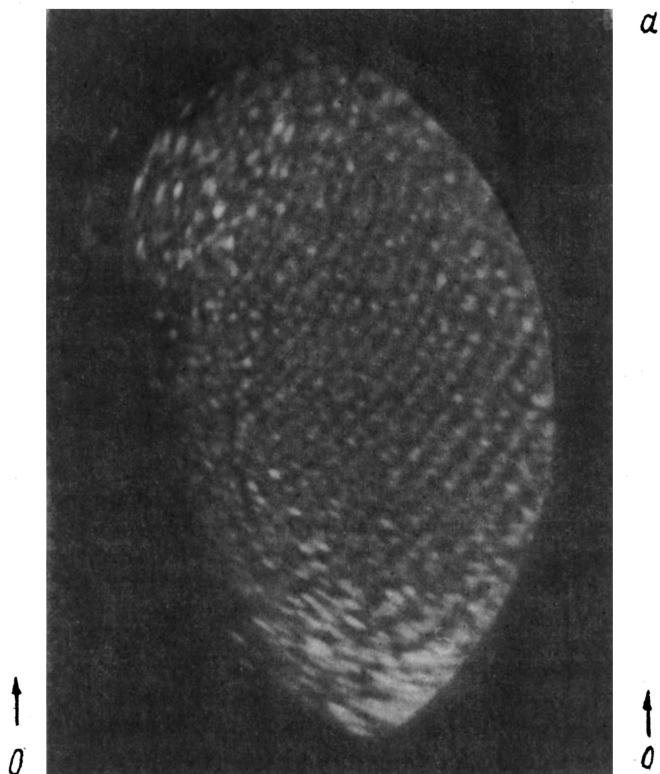


Рис. 2. То же, что и на рис. 1, а, б, но для другого образца (см. текст).

артефактные (т. е. обусловленные самой методикой) поры, можно предположить, что концентрация вакансий в идентифицированных обедненных зонах была на уровне 20%. Линейные размеры обедненных зон колебались от 12 до 20 Å, тогда как их форма во всех случаях была несколько вытянута вдоль оси [001], перпендикулярной направлению ионного пучка. При этом средний объем обедненных зон оказался равным около 3000 Å<sup>3</sup> (при разбросе этого параметра ±30%). По самым приближенным оценкам, используя данные атомистического моделирования дефектов в монокристаллах Y-Ba-Cu-O [19], это соответствует энергии каскада атомных смещений в исследованных образцах на уровне

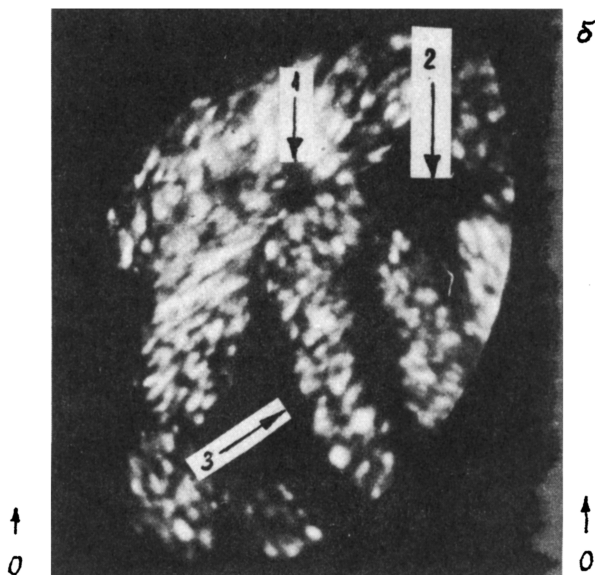


Рис. 2 (продолжение).

не  $(2.0 \pm 1.0)$  кэВ. Исходя из тех же приближенных оценок это примерно в 5–8 раз меньше ожидаемой энергии каскадов атомных смещений в исследуемом материале, т. е. возможно, наблюдаемые дефектные области соответствуют субкаскадам и пороговая энергия деления каскадов на субкаскады в столь сложных многокомпонентных композициях, какой является данный материал, существенно меньше, чем в чистых металлах или простых металлических сплавах (твердых растворах) [20].

Приводя эти оценки, следует подчеркнуть, что авторы отдают себе полный отчет в их условности и понимают, что существенно более строгий путь состоит, по-видимому, в корректировке результатов машинного моделирования каскадных процессов в ВТСП-материалах (см., например, [21]) прямыми данными автоионномикроскопических анализов.

Возвращаясь к изображению рис. 2, б, отметим, что за образование дефектных областей существенно большего размера (указаны стрелками 2, 3 и 4) ответственно, по-видимому, растравливание близко расположенных друг от друга пор и обедненных зон в процессе испарения полем.

## Список литературы

- [1] *Suvorov A.L.* // УФН. 1970. Т. 101. В. 1. С. 21-52.
- [2] *Seidman D.N.* // Surf. Sci. 1978. V. 70. P. 532-565.
- [3] *Miller M.K., Hetherington M.G., Burke M.G.* // Metall. Trans. V. 20A. P. 2651-2661.
- [4] *Суворова А.Л.* Автоионная микроскопия радиационных дефектов в металлах. М.: Энергоиздат, 1982. 167 с.
- [5] *Суворова А.Л.* Структура и свойства поверхностных атомных слоев металлов. М.: Энергоатомиздат, 1990. 296 с.
- [6] *Трушин Ю.В., Суворова А.Л., Долин Д.Е., Елдышев Ю.Н.* // Письма в ЖТФ. 1990. Т. 16. В. 17. С. 81-86.
- [7] *Suvorova A.L.* // Mat. Sci. Forum. 1992. V. 97-99. P. 743-751.
- [8] *Sato S., Kohyama A., Igata N.* // Appl. Surf. Sci. 1994. V. 76/77. P. 290.
- [9] *Miller M.K., Jayaram R., Othen P.J., Brauer G.* // Appl. Surf. Sci. 1994. V. 76/77. P. 242-247.
- [10] *High Temperature Superconducting Compounds II* / Eds. Whang Das Gupta A., Laibowitz R.B. Warrendale (PA): TMS Publications, 198 p.
- [11] *Physical Properties of High Temperature Superconductors II* / Donald M. Ginsberg. Oxford: World Sci., 1990. 250 p.
- [12] *Wisniewski A., Puzniak R., Baron M., Szymczak H.* // Acta Polonica A. 1993. V. 84. P. 139-164.
- [13] *Melmed A.J., Shull R.D., Chaiangea C.K.* // Science. 1988. V. 239. P. 176-180.
- [14] *Kellogg G.L., Brenner S.S.* // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. P. 1851-1854.
- [15] *Meciatz G.A., Syutkin N.N., Ivchenko V.A.* // J. de Phys. 1988. V. 49. P. 447-450.
- [16] *Melmed A.J.* // J. de Phys. 1988. V. 49. P. 67-71.
- [17] *Кирсанов В.В., Суворова А.Л., Трушин Ю.В.* Процессы радиационного дефектообразования в металлах. М.: Энергоатомиздат, 1987. 272 с.
- [18] *Суворова А.Л., Соколов А.Г.* // Кристаллография. 1975. Т. 20. С. 379-382.
- [19] *Моисеев Н.В., Гощицкий Б.Н., Вараксин А.Н.* // Сверхпроводимость: физика, химия, техника. 1991. Т. 4. N 10. С. 1870-1872.
- [20] *Заболотный В.Т., Иванов Л.И., Махлин Н.А., Суворова А.Л.* // Атомная энергия. 1980. Т. 48. С. 326-327.
- [21] *Kirsanov V.V., Musin N.N., Shamarina H.J.* // Phys. Lett. 1992. V. 171. P. 223-227.

Государственный научный центр  
Российской Федерации  
Институт теоретической  
и экспериментальной физики

Поступило в Редакцию  
11 мая 1995 г.